

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
PRIRODOSLOVNO-MATEMATIČKI FAKULTET
FIZIČKI ODSJEK

Iva Matković

VREMENSKA RELAKSACIJA AC
SUSCEPTIBILNOSTI KAO METODE ZA
ISTRAŽIVANJE DINAMIKE DEFEKATA U
ŽELJEZU I ČELICIMA

Diplomski rad

Zagreb, 2018.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
PRIRODOSLOVNO-MATEMATIČKI FAKULTET
FIZIČKI ODSJEK

INTEGRIRANI PREDDIPLOMSKI I DIPLOMSKI SVEUČILIŠNI STUDIJ
FIZIKA I TEHNIKA; SMJER: NASTAVNIČKI

Iva Matković

Diplomski rad

**Vremenska relaksacija AC susceptibilnosti
kao metode za istraživanje dinamike
defekata u željezu i čelicima**

Voditelj diplomskog rada: dr.sc. Mladen Prester

Ocjena diplomskog rada: _____

Povjerenstvo: 1. _____

2. _____

3. _____

Datum polaganja:

Zagreb, 2018.

Hvala mojoj jedinoj Luni,koja mi znači najviše na svijetu i čini me sretnom svaki dan.

Hvala Borni što je najbolja osoba koju znam.

Sažetak

Vremenska relaksacija AC susceptibilnosti kao metode za istraživanje dinamike defekata u željezu i čelicima

Ovaj diplomski rad detaljno istražuje prethodno dobro karakterizirani uzorak čistog alfa-željeza i kvantificira relaksaciju atoma ugljika kao sveprisutnog intersticijskog defekta u željezu, odnosno čelicima. Također istražuje relaksacijske procese u nizu legura pri čemu je željezo supstituirano kromom u različitim koncentracijama, sa ciljem korelacije magnetskih i mehanička svojstva. Istraživanje se temelji na metodi mjerenja vremenske relaksacije AC susceptibilnosti, temeljenoj na feromagnetizmu feritnih čelika i interakciji domenskih zidova s defektima. Spomenuta relaksacija mjeri se u širokom temperaturnom području, a zatim se odgovarajućom numeričkom obradom dolazi do aktivacijske energije dinamike defekata koja predstavlja vrlo važan podatak. Glavni element razvoja takvih čelika je poznavanje vremenske dinamike intrinzičnih strukturnih defekata, te defekata unesenih zračenjem. Motivacija je razvoj čelika s mehaničkim svojstvima koja se u razumnom periodu eksploatacije još održavaju na prihvatljivoj razini kvalitete. Oni nalaze primjenu u konstrukcijskim posudama budućih fuzijskih nuklearnih postrojenja (tokamaka), koji su izloženi uvjetima visoke operativne temperature (do 500 K) i gustog toka 14 MeV-neutrona, te u vremenu degradiraju. Isto se odnosi i na fisijske reaktore nove generacije.

Ključne riječi : relaksacijski procesi, alfa-željezo, intersticijski defekti, vremenska relaksacija AC susceptibilnosti, feromagneti, aktivacijska energija, dinamika defekata

Abstract

Time relaxation of AC susceptibility as method for investigating defect - dynamics in iron and steels

This thesis reports investigation of well-characterized alpha-iron samples and quantifies relaxation of interstitial carbon atoms in iron and steel. Investigation of relaxation processes in several alloys, where iron is substituted by chromium in variable concentration, has been also reported. The reported research is based on method of measuring time relaxation of magnetic AC susceptibility, underlined by ferromagnetism of ferritic steels and interaction of domain walls with defects. Relaxation is measured in a wide temperature range, followed by appropriate numeric method to evaluate activation energy for defect dynamics; the latter quantity represents a very important parameter for defect-dynamics characterization. In development of improved structural steels knowledge of time dynamics of intrinsic structural defects, and defects introduced by irradiation, represents a crucial step forward. In particular, motivation is in developing steels possessing superior mechanical properties, which in reasonable period of exploitation remain at the acceptable quality level. Such steels can be applied in the construction vessels of future fusion nuclear facilities (tokamaks), exposed to properties-degrading conditions of high operating temperatures (up to 500 K) and of high flux of high-energy (14 MeV) neutrons. The same motivation applies to the constructive elements of new-generation fission reactors.

Keywords : relaxation processes,alpha iron,interstitial defects,time relaxation of AC susceptibility,ferromagnets,activation energy,defect dynamics

Sadržaj

1 Uvod	7
2 Osnovne fizikalne veličine magnetskog materijala – magnetizacija i susceptibilnost	8
2.1 Domenska struktura feromagneta.....	11
2.2 Mjerenja AC susceptibilnosti.....	12
3 Magnetski post-učinak	14
3.1 Mikromagnetski model magnetske relaksacije.....	15
3.2 Analiza rezultata i primjena na ugljik u alfa-željezu.....	15
4 Defekti u alfa-željezu	20
4.1 Praznine.....	24
5 Snoekova relaksacija u BCC metalima	25
6 Mjerni postav	34
6.1 Faze željeza.....	37
6.2 Eksperimentalni postav za AC susceptibilnost/Magnetski post-učinak.....	39
7 Rezultati mjerenja	45
7.1 Čisto željezo.....	45
7.2 Legure željeza s različitim udjelima kroma.....	50
8 Zaključak	58
Dodatak	59
Metodički dio.....	59
Literatura	74

1 Uvod

Ovaj diplomski rad detaljno istražuje prethodno dobro karakterizirani uzorak čistog alfa-željeza i kvantificira relaksaciju atoma ugljika kao sveprisutnog intersticijskog defekta u željezu, odnosno čelicima. Zatim istražuje relaksacijske procese u nizu legura pri čemu je željezo supstituirano kromom u različitim koncentracijama. Kao što je dobro poznato u metalurgiji, supstitucija atoma željeza atomima raznih drugih elemenata nužna je za postizanje poželjnih mehaničkih svojstava. Naše istraživanje se temelji na metodi mjerenja vremenske relaksacije osnovne karakteristike magnetskog materijala, magnetske susceptibilnosti nakon demagnetizacije, pri čemu se magnetska susceptibilnost mjeri odzivom materijala na primjenjeno izmjenično magnetsko polje (tzv. AC susceptibilnost). Ta je relaksacijska metoda poznata pod imenom *magnetski post-činak*. Kao metoda za istraživanje dinamike defekata temelji se na njihovoj interakciji s domenskim zidovima feromagnetskog uzorka. Spomenuta relaksacija mjeri se u širokom temperaturnom području a zatim se numeričkom obradom unutar odgovarajućeg modela nalazi aktivacijska energija dinamike defekata, prvenstveno intersticijskog ugljika. Glavni element razvoja takvih čelika je poznavanje vremenske dinamike intrinzičnih strukturnih defekata, te defekata unesenih zračenjem. Neposredna motivacija je razvoj čelika s mehaničkim svojstvima koja se u razumnom periodu eksploatacije fuzijskog postrojenja baziranog na tom čeliku još održavaju na prihvatljivoj razini kvalitete. U tokamacima budućih fuzijskih postrojenja vladat će ekstremni uvjeti, visoke operative temperature -do 500 K- i gusti toka visokoenergetskih (14 MeV) neutrona s degradirajućim djelovanjem na mehanička svojstva konstrukcijskog čelika. Isto se odnosi i na fisijske reaktore nove generacije.

2 Osnovne fizikalne veličine magnetskog materijala- magnetizacija i susceptibilnost

Magnetizacija (oznaka M) je vektorska fizikalna veličina kojom se opisuje razlika između jakosti magnetskoga polja u vakuumu i u nekom sredstvu. Magnetizacija je jednaka umnošku magnetske susceptibilnosti tvari χ_m i jakosti magnetskoga polja H :

$$M = \chi_m H \quad (1)$$

Magnetizacija u feromagnetičnim materijalima karakterizirana je magnetskom histerezom. Mjerna jedinica je amper po metru (A/m).

Magnetska susceptibilnost tvari, χ_m , koeficijent je proporcionalnosti između magnetizacije M i magnetskog polja H koje je proizvelo magnetizaciju.[7]

DC i AC susceptibilnost se razlikuju kad magnetizacija nije linearna funkcija primjenjenog magnetskog polja.

DC susceptibilnost χ možemo dobiti kao :

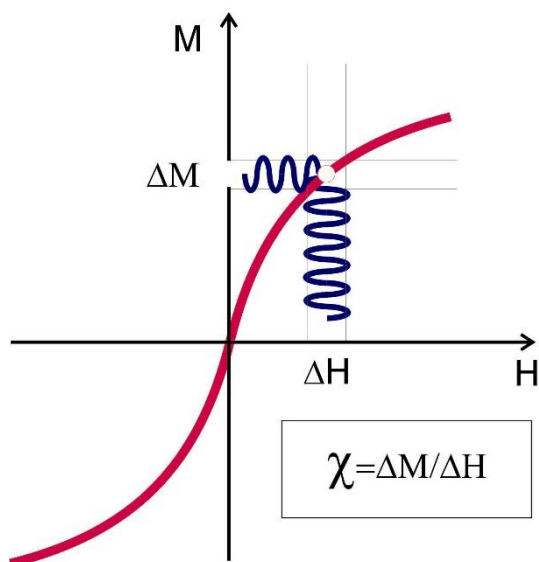
$$M = \chi H \rightarrow \chi(DC) = \frac{M}{H}. \quad (2)$$

Grafički, χ je nagib pravca u točki histereze koja odgovara trenutnoj vrijednosti magnetizacije; taj pravac prolazi ishodištem.

AC susceptibilnost dobivamo na slijedeći način :

$$\chi = \frac{dM}{dH}, \quad (3)$$

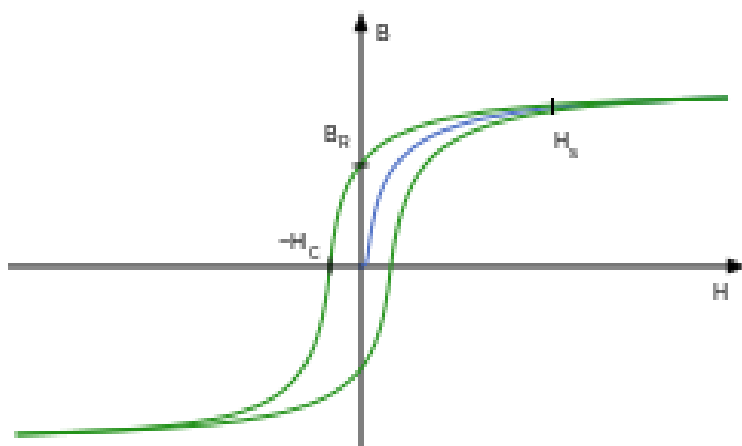
što predstavlja nagib tangente na histerezi u točki (M,H). Tangenta u općenitom slučaju ne prolazi kroz ishodište.



Slika 1. Razlika između AC i DC susceptibilnosti

Feromagnetizam je pojava snažnog magnetiziranja pojedinih tvari, takozvanih feromagnetika: željeza, nikla, kobalta, gadolinija, terbija, disprozija i holmija, njihovih slitina i slitina koje ne čine feromagnetični elementi (na primjer Heuslerove slitine: Cu_2MnAl , Ni_2MnAl , Co_2MnSi , Co_2MnGe , Co_2FeAl). Magnetska permeabilnost feromagnetika više je tisuća puta veća nego permeabilnost paramagnetičnih i dijamagnetičnih tvari. Magnetiziranje feromagnetičnih tvari nije razmjerno s jakošću magnetskoga polja i kod određene jakosti primjenjenog magnetskoga polja dolazi do zasićenja. Kada prestane djelovati magnetsko polje, feromagnetici i dalje pokazuju magnetiziranost. Remanentni (zaostali) magnetizam može se ukloniti djelovanjem magnetskoga polja suprotnog smjera i iznosa koji odgovara sili koercitivnosti feromagnetika (to jest sili koja sprječava elementarne magnete da dođu u nesređen položaj). Ako se magnetsko polje mijenja i nakon što je postiglo potrebnu jakost, ponovno dolazi do magnetske zasićenosti, a kada magnetsko polje dobije vrijednost nula, pojavljuje se remanentni magnetizam. Krivulja koja pokazuje cikličko magnetiziranje feromagnetika naziva se magnetska histereza. Trajni magneti izrađuju se od posebnih legura s vrlo visokim remanentnim magnetizmom. Feromagnetizam ovisi o temperaturi; feromagnetik na nekoj, za njega karakterističnoj temperaturi (takozvanoj Curievoj temperaturi), postaje paramagnetičan. Feromagnetizam se objašnjava Weissovom teorijom područja spontane magnetizacije takozvanih Weissovih domena. Domene se sastoje od velikog broja međusobno paralelno poredanih elementarnih magneta. Magnetiziranje feromagnetičnih tvari je prebacivanje elementarnih magneta u smjer vanjskog magnetskog polja. Potpuno objašnjenje feromagnetizma dao je Werner Karl Heisenberg u kvantnoj mehanici, Paulijev princip

isključenja objašnjava zašto je u pojedinim kristaličnim tvarima uglavnom zastupljeno stanje paralelne orijentacije elektrona (feromagnetici), u drugima antiparalelno stanje (antiferomagnetici), dok je u nekim tvarima međudjelovanje slabo i nema međusobne ovisnosti orijentacije atomskih magnetskih dipola u odsutnosti vanjskoga polja (paramagnetici i dijamagnetici). [8]



Slika 2. Histerezna krivulja: krivulja prvobitne magnetizacije je označena plavom bojom, dok je kasnije ponašanje pri obrnutoj magnetizaciji iste jačine označeno zelenom bojom

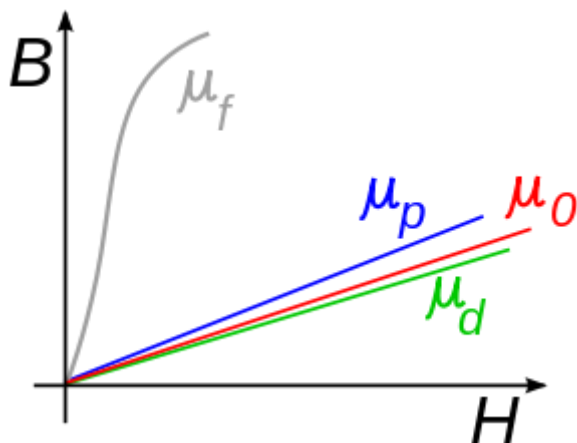
Zatvorena petlja magnetske histereze posljedica je kašnjenja magnetske indukcije u odnosu na promjenu jakosti vanjskog magnetskoga polja. Površina histereze ovisi o feromagnetskim materijalima u kojima se magnetsko polje inducira; manja je za meko željezo (na primjer slitine FeNi), a veća za tvrdo željezo (na primjer ugljične čelike). Gubitke magnetske histereze čini dio energije vanjskoga magnetskog polja koji se u feromagnetskim materijalima nepovratno pretvara u druge oblike energije, većinom u toplinu.

Magnetska susceptibilnost (oznaka χ_m) je fizikalna veličina kojom se opisuje svojstvo tvari da mogu biti magnetizirane u magnetskom polju. Iznosi:

$$\chi_m = \mu_r - 1 \quad (4)$$

gdje je: μ_r - relativna magnetska permeabilnost tvari;

pozitivna je za feromagnetične i paramagnetične tvari, a negativna za dijamagnetične tvari. Mjerna jedinica magnetske susceptibilnosti je broj jedan. [8]



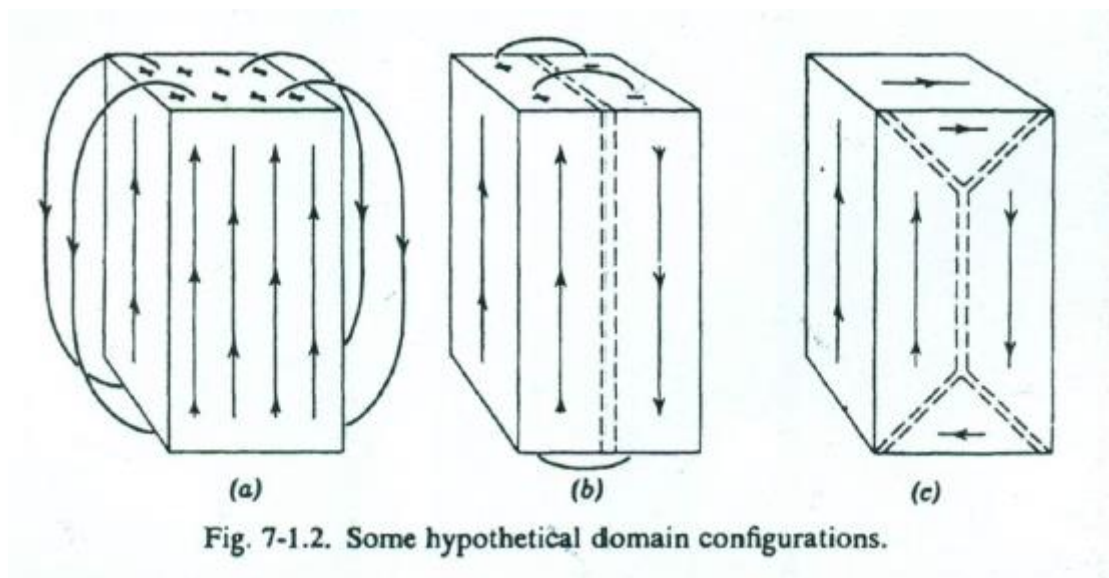
Slika 3. Ovisnost magnetske indukcije o magnetskom polju

2.1 Domenska struktura feromagneta

Zna se da je kolektivno preokretanje spinova u domeniziranom feromagnetu uvjetovano kombinacijom termodinamičkih procesa, koji opisuju ponašanje u blizini ravnotežnog stanja, uključujući i neravnotežne procese koji su uzrokovani nasumičnim neredom. Minimum tzv mikromagnetske slobodne energije je to što određuje hoće li stabilno ravnotežno stanje feromagneta u vanjskom polju biti s jednom ili više domena. Magnetostatski dio te slobodne energije sastavljen je od energije magnetizacije uzrokovane vanjskim poljem i energije demagnetizacije zbog induciranog vlastitog polja. Osim toga, postoje doprinosi zbog postojanja magnetokristalne anizotropije i magnetostrikcije, te kvantni doprinosi od kratkodosežnih interakcija izmjene između prvih susjeda i Zeemanovog rascjepljivanja atomskih nivoa. Najjednostavniju domensku strukturu s minimalnim brojem domenskih zidova, u najvećem dijelu čini energija demagnetizacije. U slučaju da je magnetostatska energija demagnetizacije uzorka zbog njegove geometrije mala, što znači da ima mali faktor demagnetizacije, prevelika domenizacija neće biti energetski povoljna jer se za svako stvaranje domenskog zida troši energija. Eksperimentalno je dobiveno da je mali faktor demagnetizacije uzorka svojstvo dugih i tankih uzoraka. Neravnotežnost nastaje kao posljedica postojanja nasumičnog nereda, odnosno „skliskih“ energetskih barijera između metastabilnih stanja u susjednim lokalnim minimumima kompleksne slobodne energije. Barijere time postaju ključne u opisivanju dinamike magnetskih sustava u blizini ravnoteže. Visina tih barijera predstavlja aktivacijsku energiju E_a kojom je određeno karakteristično vrijeme Debyejeve relaksacije nazad u metastabilno stanje, prema Arrheniusovom zakonu :

$$\tau(T) = \tau_0 \exp \frac{E_a}{k_B T} . \quad (5)$$

Pomicanje domenskog zida, odnosno kolektivno okretanje većeg broja spinova, također odgovara jednočestičnom opisu oslikanim kompleksnim potencijalom s mnoštvom lokalnih minimuma i maksimuma, no pritom jednočestična slika vrijedi samo izvan dinamičkog kritičnog područja. Kritično područje određeno je onim DC magnetskim poljem koje taman potakne domenski zid da se počne gibati konačnom brzinom. Ako je polje manje vrijednosti od tog DC polja, domenski zid će se relaksirati natrag u metastabilno stanje, a ako je polje većeg iznosa od kritičnog, uzorak će u vrlo kratkom vremenu postati monodomenski. Uz aktivacijsku energiju i kritično polje bolje možemo razumjeti kvantitativnu sliku međudjelovanja prilikom zapinjanja domenskog zida. Relaksacijska vremena domenskog zida pretežno ovise o karakteristikama uzorka i njegovoj povijesti.[1]



Slika 4. Neke hipotetske domenske konfiguracije

2.2 Mjerenja AC susceptibilnosti

Faraday-Lenzov (Faradayev) zakon elektromagnetske indukcije je osnovni zakon elektromagnetizma, a formula glasi:

$$\mathcal{E} = \frac{-d\varphi_B}{dt} \quad (6)$$

Inducirana elektromotorna sila u zatvorenoj konturi jednaka je negativnoj promjeni obuhvaćenog magnetskog toka kroz konturu.

Napon induciran u zavojnici je proporcionalan vremenskoj promjeni magnetskog toka u zavojnici.

$$V_A = \frac{d\varphi}{dt} = \mu_0 N \frac{d}{dt} [S \cdot (H + \alpha M)] \quad (7)$$

$$M = \chi H \quad (8)$$

$$V_- = \mu_0 N S \alpha \frac{dM}{dH} \frac{dH}{dt} = i \omega \mu_0 N S \alpha \chi H \quad (9)$$

Veličina $\frac{dM}{dH}$ označava magnetsku susceptibilnost χ .

Tehniku mjerenja niskofrekventne (1 Hz – 1 kHz) izmjenične (AC) susceptibilnosti koristi se u istraživanju širokog spektra magnetskih fenomena i magnetskih sistema. U feromagnetima metodu AC susceptibilnosti koristimo za proučavanje dinamike domenskih zidova zbog njezine velike osjetljivosti i mogućnosti rada u vrlo malim magnetskim poljima (reda 1 mOe). Za tzv. meke feromagnete dovoljna je jačina Zemljinog magnetskog polja da nadjača potencijal zapinjanja domenskih zidova u feromagnetskoj fazi i time magnetski saturira uzorak, tj. iz multi-domenskog prebaci ga u monodomensku magnetsku mikrostrukturu. Osim u malim poljima, zapinjanje domenskog zida u feromagnetskoj fazi poželjno je ispitivati i na niskim frekvencijama pobude. Takva slika kvazistacionarne prirode, prikladna je za proučavanje prijelaza iz relaksacijskog ponašanja domenskih zidova u gibanje pod utjecanjem magnetskog polja. AC metoda mjeri odziv u fazi s pobudom što nazivamo realna susceptibilnost, te nezavisno s njom mjeri i odziv izvan faze, što nazivamo imaginarna susceptibilnost. Imaginarna susceptibilnost služi kao mjera procesa disipacije energije u uzorku. Na taj način možemo saznati koliko energije se troši kolektivnim okretanjem spinova. Zanimljivo je proučavati koliko se energija ovog sustava disipira u obliku vrtložnih struja, a koliki dio pritom odlazi na magnetootpor. Osim mjerenja temperature ovisnosti, metoda AC susceptibilnosti može mjeriti i u frekventnoj domeni. Za danu temperaturu iz ovisnosti o frekvenciji, možemo zaključivati o karakterističnim vremenima disipativnih procesa. Istom metodom se dosta lako mjeri i koliko je nelinearan odziv na malo vanjsko AC polje, a time možemo vrlo precizno okarakterizirati uzorke s histerezom.[7]

3 Magnetski post-činak

Zapinjanie domenskih zidova na defektima i/ili dislokacijama dugo je poznat problem razumijevanje kojeg ima ključnu ulogu najvećem broju primjena magnetskih materijala. Npr, u razvoju tzv. mekih feromagneta (velika permeabilnost, uska histereza) cilj je manipuliranjem nad domenskom strukturom smanjiti koncentraciju domenskih zidova, odnosno smanjiti njihov relativni doprinos ukupnoj mjerenoj dinamici, odnosno disipaciji energije. Isto tako, mjerenje dinamike domenskih zidova možemo upotrijebiti, posredovanjem interakcije s nećistoćama, za karakterizaciju strukturnih defekata i njihove vremenske dinamike. Navedeno predstavlja suštinu metode magnetskog post-ćinka. Godinama se pokušavalo razumjeti reakcije toćkastih defekata u alfa željezu. Istraživanja strukturnih defekata u alfa - željezu uzrokovanih zraćenjem privuklo je golemu pažnju ne samo eksperimentalnih fizićara, već i teoretićara. To nam daje veliki znaćaj željeza kao strukturnog nuklearnog materijala, no ujedno i fundamentalni znaćaj željeza kao predstavnika BCC metala. Mjerenja su se vršila na željezu u koje je bila unesena različita koncentracija nećistoća. Efekt nećistoća je najvidljiviji u BCC metalima zbog njihove otvorene strukture. Intersticijske nećistoće poput ugljika, dušika i vodika su visoko anizotropni defekti u tetragonalnim konfiguracijama sa znaćajnim elastićnim dipolnim momentom koji uzrokuje snažne interakcije s intrinzićnim defektima proizvedenim ili elektronskim ili neutronske zraćenjem. Važnu ulogu takoder imaju supstitucijske nećistoće. Zbog njihove trodimenzionalne prirode, domenski zidovi sposobni su interagirati s velikim brojem defekata što rezultira visokom osjetljivošću metode magnetskog post-ćinka na toćkaste defekte. Daljnje prednosti metode su jednostavnost primjene na niskom temperaturnom području gdje se događaju maksimumi relaksacije defekata. Kako bi se prikupio što veći broj informacija metoda se primjenjuje na različitim sustavima kao što su čisto željezo, željezo sa supstitucijskim i intersticijskim defektima pod kontroliranim eksperimentalnim uvjetima, pri ćemu se misli na varirajuće koncentracije nećistoća i varirajuće doze zraćenja. Pri demagnetiziranju feromagnetskog uzorka, bio on čisti metal ili slitina, vidljivo je vremenski zavisno smanjenje početne susceptibilnosti. Taj fenomen, koji je posljedica stabiliziranja domenskih zidova u uzorku događa se u toćno određenom temperaturnom području za svaki uzorak te rezultira smanjenjem susceptibilnosti. Promatrano smanjenje početne susceptibilnosti poznato je kao izotermna relaksacija i utvrđena je jaka temperaturna ovisnost. Osim izotermalnih krivulja koje se koriste za promatranje vremenske ovisnosti efekta, postoje još i izokronalne krivulje koje se koriste za pokazivanje temperaturne ovisnosti efekta i njegovog razdvajanja od preklapajućih relaksacijskih efekata nastalih pozadinskim relaksacijama koje malo variraju s temperaturom.[2]

3.1 Mikromagnetski model magnetske relaksacije

Prema Weissovom modelu feromagnetizma , feromagnet je podijeljen na više homogeno magnetiziranih domena u kojem je unutar svake od domena spontana magnetizacija orijentirana paralelno tzv jednostavnim smjerovima magnetizacije. U alfa - željezu , to je u smjeru jednog od 100 mogućih smjerova. Prijelazna područja između susjednih domena su Blochovi ili domenski zidovi , koji u slučaju alfa željeza na sobnoj temperaturi imaju širinu u rasponu od 30 do 65 nm. U demagnetiziranom stanju, domenski zidovi leže na dnu potencijalne jame, te sukladno tom modelu relaksacijski fenomeni mogu se objasniti kao produbljivanje potencijalne jame. Vremenska ovisnost „smještanja“ domenskih zidova u svoje potencijalne jame doprinos je termički aktiviranog premještanja mobilnih defekata u energetski povoljnije položaje. Ta premještanja uvjetovana su interakcijama magnetostrukcijskog i magnetokristaliničnog tipa između defekata i spontane magnetizacije.[2]

3.2 Analiza rezultata i primjena na ugljik u alfa – željezu

Polazimo od Debyjevog modela. U termodinamici i fizici čvrstog stanja Debyjev model je metoda razvijena od strane Petera Debyjea 1912. za procjenu fononskog doprinosa specifične topline (toplinskog kapaciteta) u čvrstim tvarima . Taj model tretira toplinske vibracije atomske rešetke kao vrpce u kutiji, za razliku od Einsteinovog modela , koji tretira čvrste tvari pojedinačno, a ne u interakciji kvantnog harmonijskog titranja . Debyeov model ispravno predviđa nisku temperaturu u ovisnosti o toplinskoj snazi, koja je

proporcionalna s kubom temperature. Baš kao i Einsteinov model, ona također oporavlja Dulong-Petitov zakon na visokim temperaturama. No, zbog pojednostavljenja pretpostavki, njezina točnost ne vrijedi za srednju temperaturu. Debyejeva relacija je dana izrazom :

$$\tau(T) = \tau_0 e^{-E_a/kT} \quad (10)$$

pri čemu je τ relaksacijsko vrijeme u ovisnosti o temperaturi T , τ_0 je relaksacijsko vrijeme na temperaturi 0, E_a aktivacijska energija, k_B je Boltzmannova konstanta a T temperatura.

Uzmemo 2 točke na vremenskoj skali, s vremenima t_1 i t_2 te provedemo analizu skupa izokronalnih krivulja.

Najjednostavniji način analize skupa izokronalnih krivulja dan je formulom za relaksacijsko vrijeme u ovisnosti o temperaturi na kojoj se postiže maksimum te izokronalne krivulje :

$$\tau(T_{max}) = \frac{(t_2 - t_1)}{\ln(t_2/t_1)} \quad (11)$$

Prethodnu jednadžbu možemo kombinirati s izrazom za relaksacijsko vrijeme koje koristimo za crtanje Arrheniusovog grafa :

$$\tau(T_{max}) = \tau_0 \exp\left(\frac{Q}{kT_{max}}\right) \quad (12)$$

Takva metoda analize isprva se činila brza i prikladna, no daje prevelike vrijednosti za Q i premale vrijednosti za τ_0 .

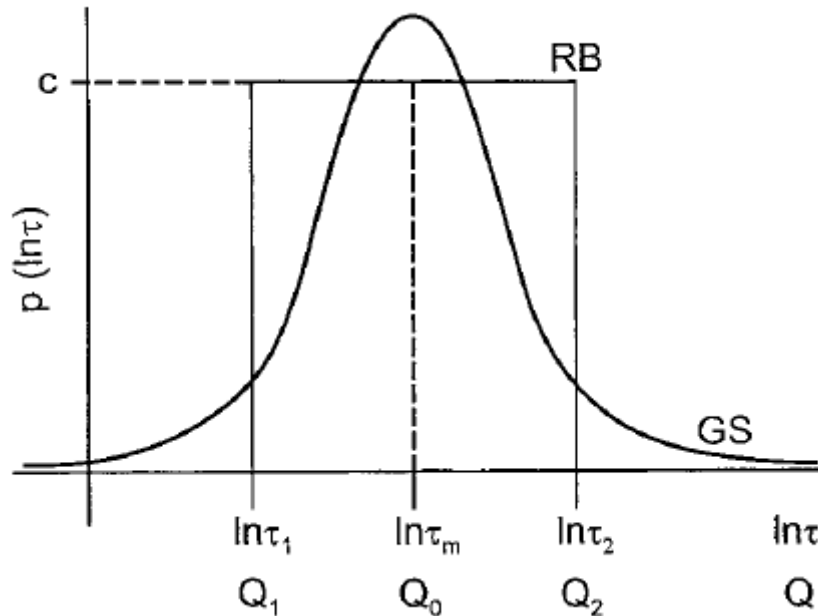
U teoriji se mislilo kako se relaksacija defekta može opisati jednim relaksacijskim vremenom, no eksperimentalno je ustanovljeno kako je za opis potreban čitav spektar vremena. Kako bismo uključili spektar relaksacijskih defekata, koristimo Richterov model, odnosno distribucijsku funkciju, $P(\tau)$, gdje je $P(\tau) d\tau$ vjerojatnost pronalaženja relaksacijskog vremena τ danog procesa u vremenskom intervalu τ i $\tau + d\tau$. To podrazumijeva uvjet normalizacije :

$$\int_0^\infty P(\tau) d\tau = 1 \quad (13)$$

Dobivamo izraz za relaksacijsku funkciju $G(t)$:

$$G(t) = \int_0^{\infty} P(\tau)(1 - e^{-t/\tau})d\tau \quad (14)$$

Time dobivamo Gaussovu krivulju relaksacijskih vremena.



Slika 5. Gaussova distribucija relaksacijskih vremena

Ako uvedemo reluktivitet r kao veličinu obrnuto proporcionalnu susceptibilnosti dobivamo izraz za izokronalnu relaksaciju između dvaju vremena , t_1 i t_2 :

$$\Delta r(t_1, t_2, T) = \frac{\Delta r_s}{\ln(\tau_2 - \tau_1)} \left\{ \left[E_i\left(-\frac{t_2}{\tau_2}\right) - E_i\left(-\frac{t_1}{\tau_1}\right) \right] - \left[E_i\left(-\frac{t_1}{\tau_2}\right) - E_i\left(-\frac{t_1}{\tau_1}\right) \right] \right\} \quad (15)$$

pri čemu E_i označava eksponencijalni integral.[10]

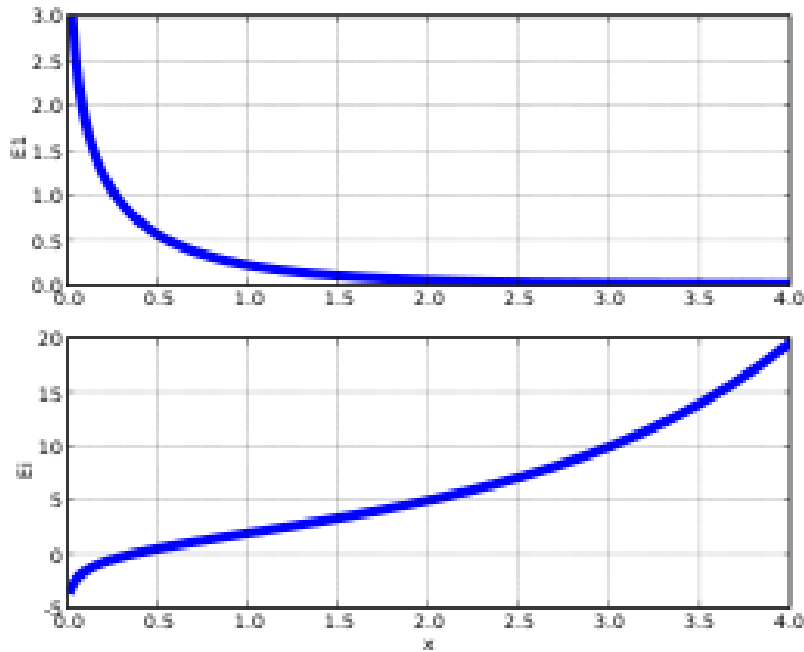
Eksponencijalni integral E_i je posebna funkcija na kompleksnoj ravnini . Definiran je kao jedan određeni definirani integral omjera između eksponencijalne funkcije i njegovog argumenta :

$$E_i(x) = - \int_{-x}^{\infty} \frac{e^{-t}}{t} dt \quad (16)$$

Također smo koristili Swamee- Ohija aproksimaciju :

$$E_1(x) = (A^{-7.7} + B)^{-0.13} \quad (17)$$

$$\text{gdje su : } A = \ln \left[\left(\frac{0.56146}{x} + 0.65 \right) (1 + x) \right] \quad \text{i} \quad B = x^4 e^{7.7x} (2 + x)^{3.7} . \quad (18)$$



Slika 6. Grafički prikaz funkcije eksponencijalnog integrala

Ova relacija opisuje jednostavni Debyejev proces , no moramo uzeti u obzir i temperaturnu ovisnost reluktiviteta stabilizacije:

$$\Delta r_s(T) = \frac{\Delta r_{0,s}}{T} \quad (19)$$

pri čemu je član $\Delta r_{0,s}$ sastavljen od vremenski i temperaturno ovisnih parametara sustava domenskih zidova.

Relaksacijsko vrijeme τ_i povezano je s relaksacijskom entalpijom Q_i preko općenite Arrheniusove relacije :

$$\tau_i = \tau_{0i} \exp\left(\frac{Q_{i0}}{kT}\right) \quad (20)$$

gdje je Q_{i0} središnja aktivacijska energija kontinuiranog MAE spektra određenog graničnim vrijednostima Q_{i1} i Q_{i2} :

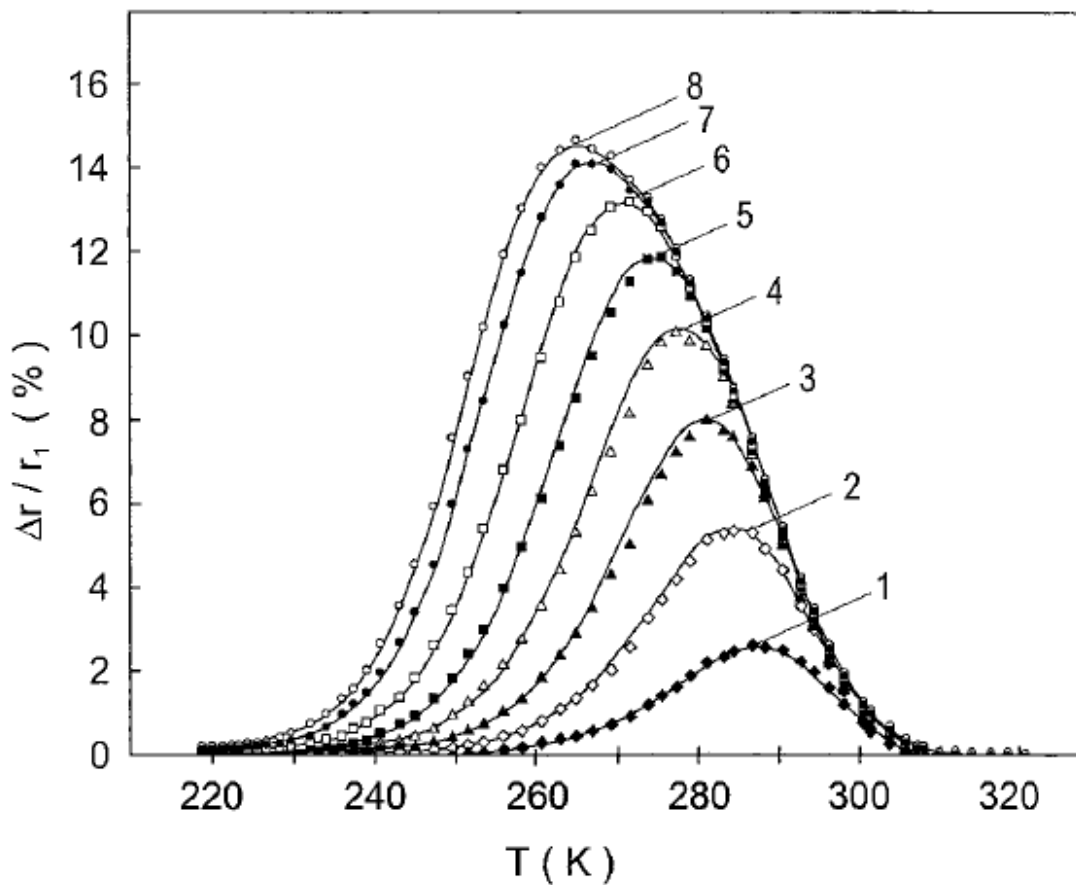
$$Q_{i0} = (Q_{i1} + Q_{i2})/2 \quad (21)$$

gdje je pola širine distribucije :

$$\Delta Q_i = (Q_{i2} - Q_{i1})/2 \quad (22)$$

tako da vrijedi :

$$Q_{i2,1} = Q_{i0} \pm \Delta Q_i \quad (23)$$

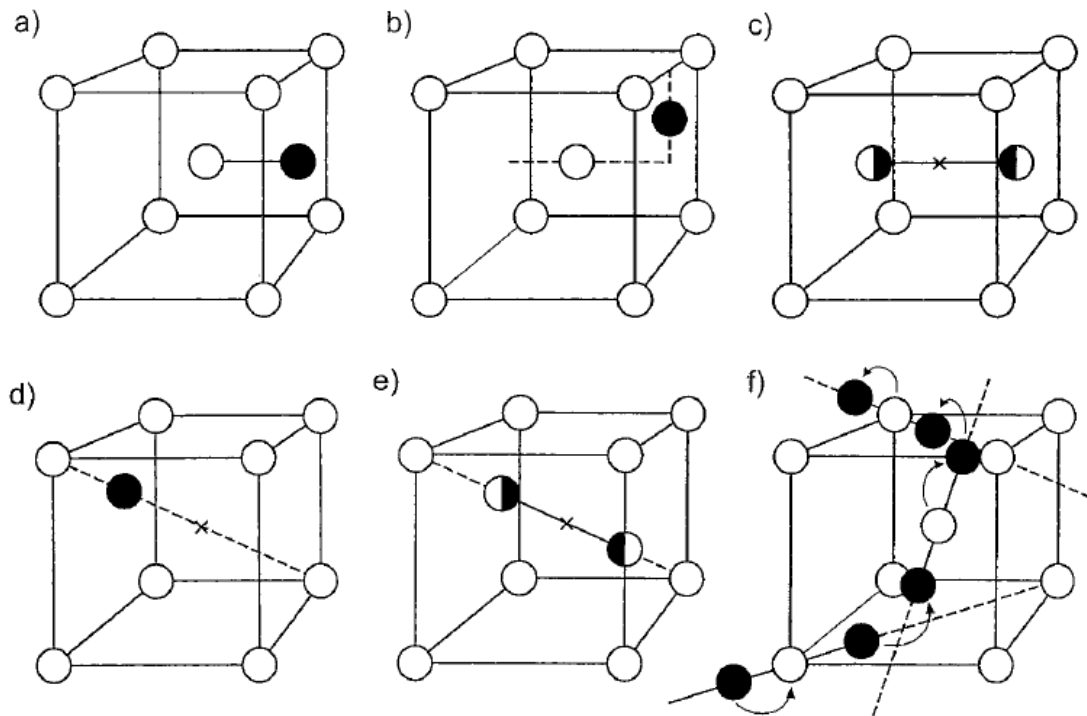


Slika 7. Aproximacija obitelji ugljikovih izokronalnih krivulja u alfa – željezu dobivena

Richterovom metodom magnetskog post-učinka

4 Defekti u alfa – željezu

Kada pričamo o defektima u alfa-željezu vrlo su česti intrinzični intersticijski defekti. Obzirom na simetričnost, moguće je 6 mogućih intersticijskih položaja od kojih je samo jedan stabilan.

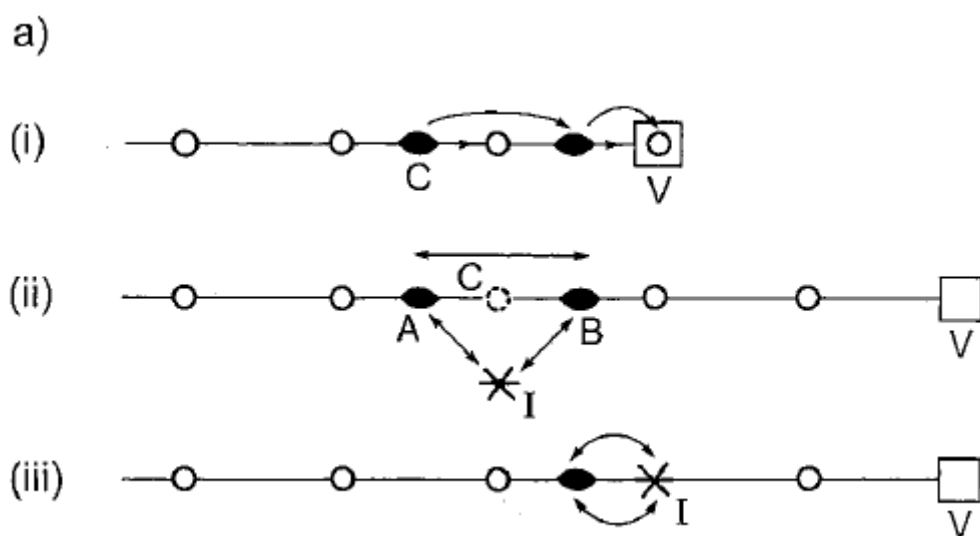


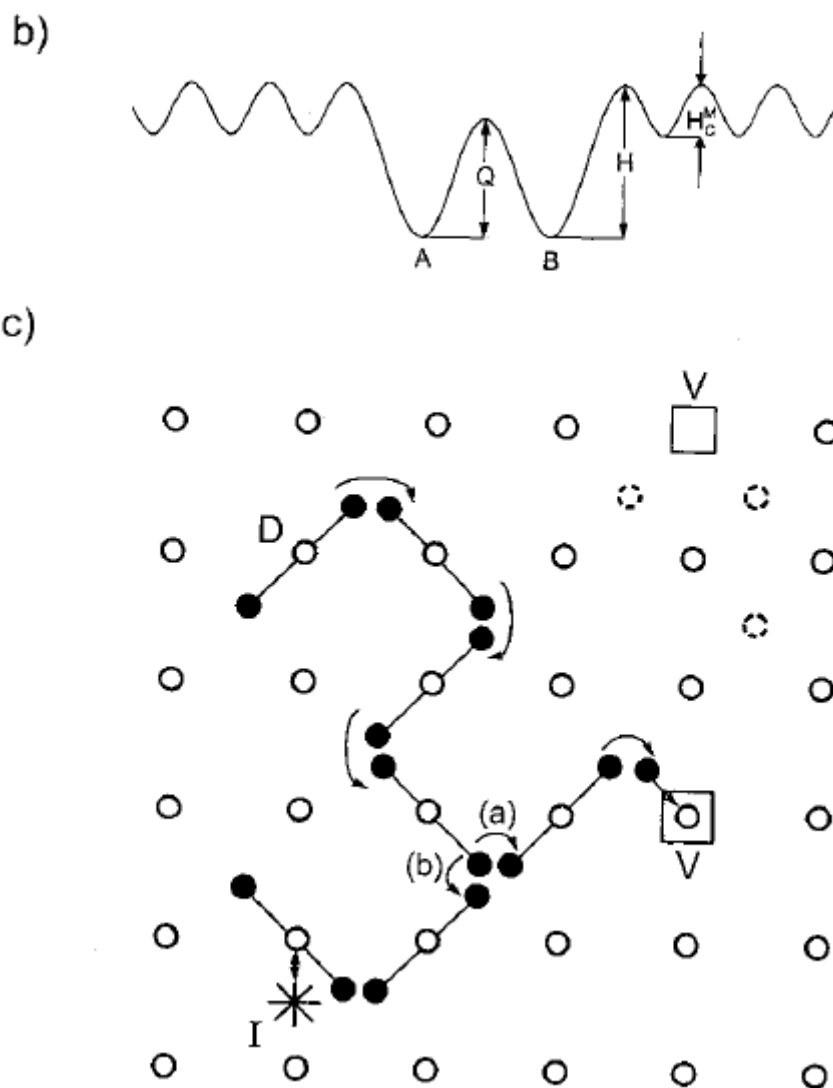
Slika 8. Mogući intersticijski položaji u alfa – željezu

- a) oktaedarski
- b) tetraedarski
- c) rascijepana $\langle 100 \rangle$ ravnina
- d) tzv. crowdioni u aktiviranom stanju
- e) tzv. crowdioni u rascijepanoj ravnini $\langle 111 \rangle$
- f) rascijepana ravnina $\langle 110 \rangle$ – tzv. dumb-bell konfiguracija

To je intersticijski položaj f) koji cijepa ravninu $\langle 110 \rangle$, 2 atoma su rascijepana duž $\langle 110 \rangle$ ravnine. Ta intersticijska konfiguracija ortorompske simetrije ima snažnu anizotropiju i često se prikazuje kao tzv. dumb – bell konfiguracija, dumb – bell linija je ona koja povezuje dva intersticijska atoma. Dio slike f) pokazuje elementarni skok u kojem dumb-bell konfiguracija

pomiče svoj centar prema prvom susjednom atomu , a os dumb-bell konfiguracije se rotira za 60° . Dumb-bell konfiguracija može proći i proces potpune reorijentacije iz smjera $\langle 110 \rangle$ u smjer $\langle 011 \rangle$, pritom mijenjajući orijentaciju za 60° . Utvrđeno je da je aktivacijska energija ovog procesa u koincidenciji s migracijskom energijom, približnog iznosa oko 0.33 eV . Od preostalih konfiguracija, konfiguracija prikazana dijelom slike e) je slijedeća energetski najpovoljnija konfiguracija. [1]



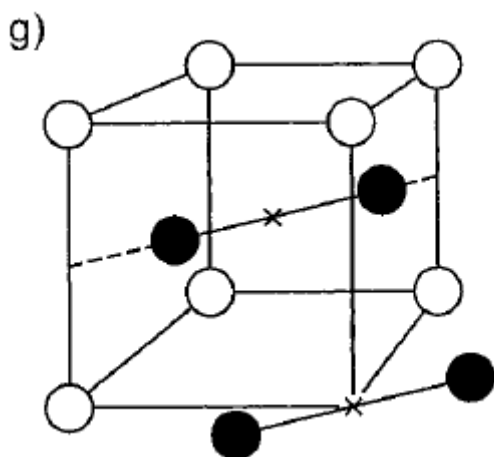


Slika 9.

- a) i) direktna anihilacija s prazninom
- ii) zarobljavanje na nečistoći
- iii) snažno zarobljavanje na supstitucijskom atomu nečistoće
- b) potencijal crowdionske konfiguracije na dijelu slike a)
- c) pretvorba crowdionske konfiguracije u stabilnu dumb-bell konfiguraciju

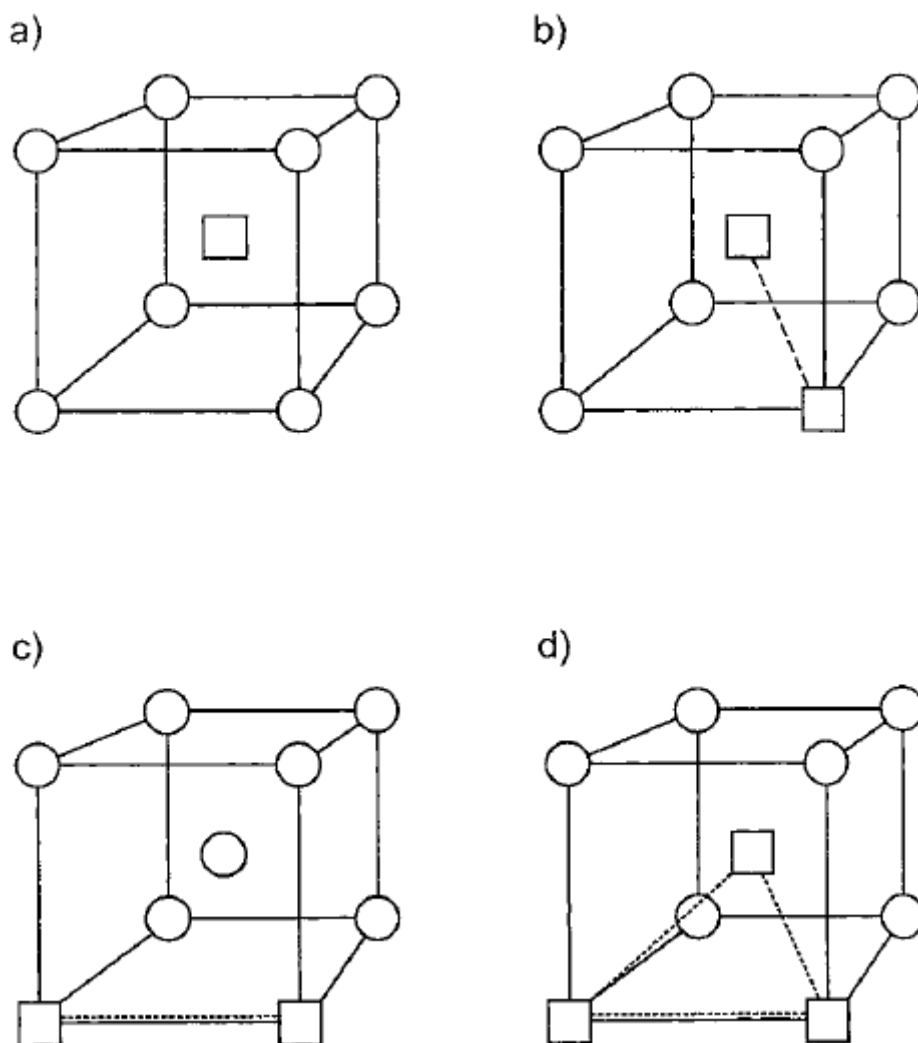
Tzv. crowdion konfiguracija, nakupina istovrsnih atoma, najpovoljniji je za induciranje MAE difuzijskog i reorijentacijskog tipa. MAE difuzijskog tipa rezultira iz dugodosežne difuzije , koja završava ili anihilacijom s vakancijom, zarobljena u nečistoćama ili pretvorbom u stabilnu

dumb-bell konfiguraciju. MAE reorijentacijskog tipa može biti inducirana skokom crowdiona na ili iza para ravnotežnih položaja prikazanih na dijelu slike a) (ii) i b). Dio slike c) ilustrira tipičnu reakciju difuzije i pretvorbe crowdionske konfiguracije u stabilnu dumb-bell konfiguraciju. Nakon što se dumb-bell konfiguracija termalno aktivira ona može ili anihilirati s prazninom što je prikazano u dijelu slike a) , ili može postati zarobljena na atomu nečistoće što je prikazano na dijelu slike b). Postoji mnogo diintersticijskih konfiguracija , od kojih je većina nestabilna. Najstabilnija takva konfiguracija sačinjena je od dva podijeljena intersticijska atoma paralelna jedna drugom i udaljena za udaljenost između dva prva susjedna atoma, pri čemu je os dumb-bell konfiguracije okomita na spojnicu njihovih centara što je prikazano dijelom slike g).



Migracija se događa u postupnom procesu gdje svaka dumb-bell konfiguracija usmjerava svoje središte prema rešetki sačinjenoj od prvih susjednih atoma.[1]

4.1 Praznine



Slika 10.

a) monopraznina

b) metastabilna dipraznina

c) stabilna dipraznina

d) tripraznina

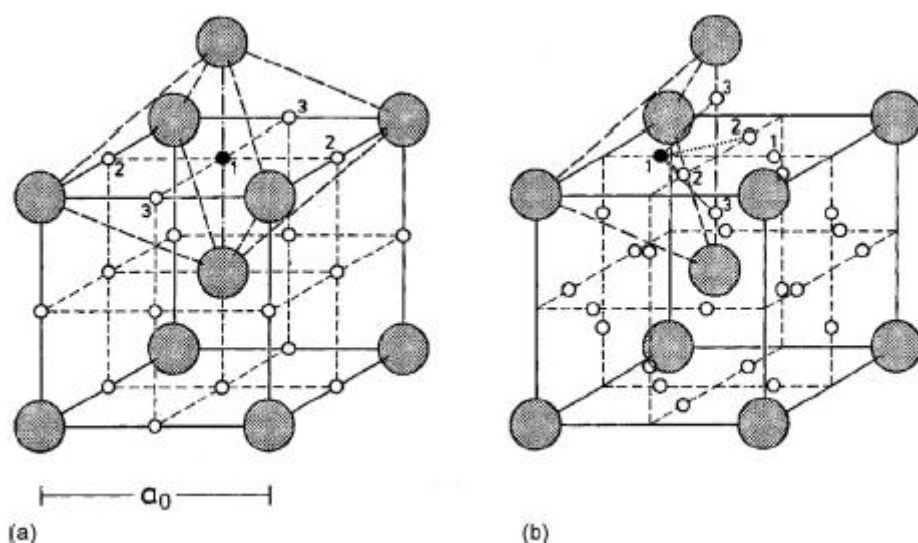
Najstabilnija praznina prikazana je dijelom slike a) i njen migracijski proces se sastoji od skoka prvog susjednog atoma na prazni položaj. Za to je izračunata migracijska energija od 0.68 eV. Takva praznina ima simetriju rešetke pa može dati MAE difuzijskog tipa, no ne i orijentacijskog

tipa. Najstabilnija praznina prikazana je dijekom slike c) i sastoji se od dvije monopraznine na mjestima drugih susjednih atoma, a ne kako je očekivano ,na mjestima prvih susjednih atoma što je prikazano na dijelu slike b). U diprazninskom migracijskom procesu , svaka se praznina pomiče kao monopraznina, te su pritom značajna dva procesa : onaj u kojem razdioba alternira od drugog susjednog atoma do prvog susjednog atoma i onaj u kojem razdioba alternira od drugog susjednog atoma do trećeg susjednog atoma. Gibanje drugog po redu navedenog procesa ostavlja orijentaciju dipraznine nepromijenjenom , a oba procesa imaju približno jednaku migracijsku energiju. Dipraznina je stoga prikladna i za MAE difuzijskog i orijentacijskog tipa. Monopraznine se zbog svoje anizotropije smatraju najprikladnijim konfiguracijama za relaksacije. Izračunima energije aktivacije, migracijskog volumena i energije vezanja sustava s intrinzičnim defektima i intersticijskim nečistoćama , utvrđena je asimetričnost takvih rešetki što doprinosi relaksacijama. Što se tiče supstitucijskih nečistoća u BCC kristalima, sakupljeno je malo informacija, dok je u FCC kristalima promatrano za nekoliko slitina bez pronalaska dumb-bell konfiguracija.[1]

5 Snoekova relaksacija u BCC metalima

Teški intersticijski atomi poput kisika, dušika ili ugljika, kad se otapaju u BCC metalima poput željeza induciraju elastične dipole s tetragonalnom simetrijom . Reorijentacija inducirana naprežanjem proizvodi neelastične relaksacije kao osnovni korak intersticijske difuzije. Spektar gubitaka u mehaničkoj energiji služi kao indikator prisutnosti intersticijskih atoma putem Snoekovih maksimuma pri karakterističnim temperaturama. Iznos maksimuma proporcionalan je koncentraciji intersticijskih atoma u metalu. Eksperimenti s monokristalima omogućili su određivanje tenzorskih komponenti u dipolima , a mjerenja položaja maksimuma na širokom frekventnom području omogućila su određivanje koeficijenta intersticijske difuzije u ovisnosti o temperaturi. Utvrđene su nelinearnosti u Arrheniusovom grafu , a u koncentriranim slitinama

primjećeno je širenje Snoekovih maksimuma. Istraživani su Snoekovi maksimumi za ugljik u željezu. Snoekove relaksacije su neelastične relaksacije intersticijskih atoma u BCC metalima. Prva takva mjerenja izvršio je Snoek za ugljik u željezu. Promatrao je maksimum gubitka mehaničke energije i za to dao teorijsko objašnjenje te su takvi relaksacijski procesi danas poznati pod nazivom Snoekove relaksacije. Uočeno je da osim željeza, još nekoliko BCC metala pokazuje Snoekove maksimume uzrokovane intersticijskim atomima kao što su kisik, dušik i ugljik.[2]



Slika 11. Atomski model Snoekove relaksacije u BCC metalima

a) oktaedralna

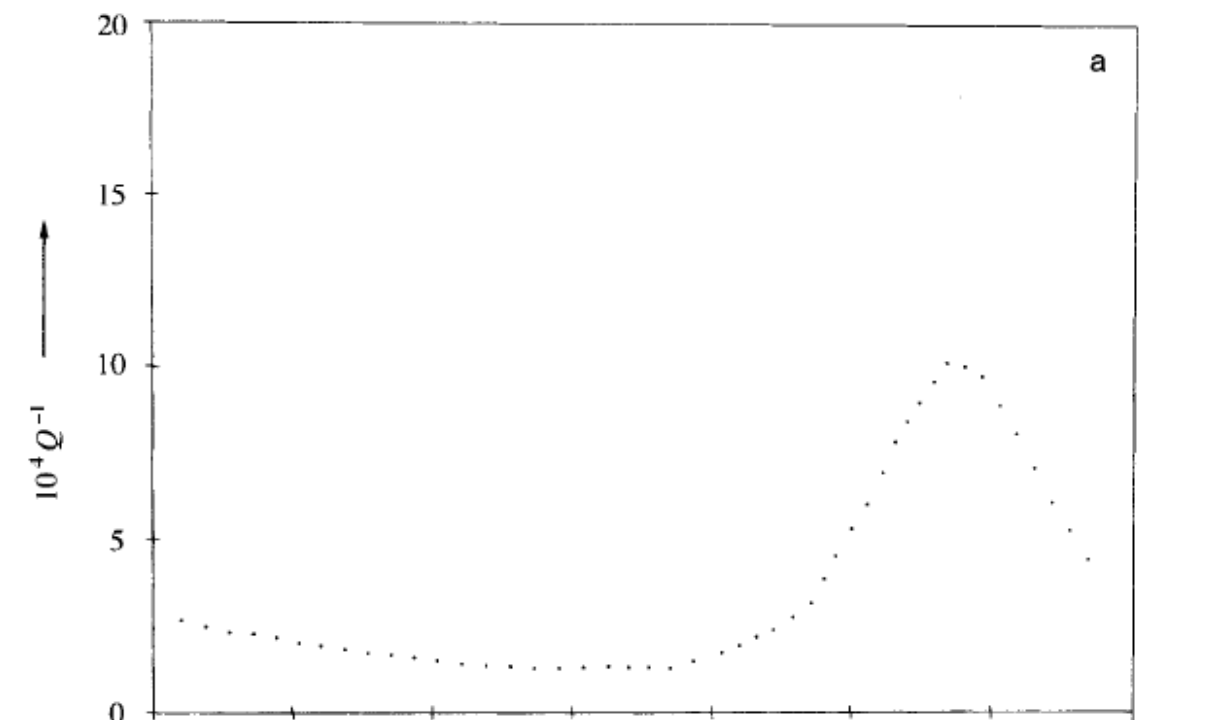
b) tetraedarska intersticijska mjesta , a_0 je konstanta rešetke

Svaki mali kružić, prazan i pun, predstavlja intersticijsku poziciju u koju se može smjestiti atom ugljika. Prvi susjedni atomi u intersticijskim pozicijama čine oktaedar čiji su vrhovi udaljeni za $\frac{a\sqrt{2}}{2}$ i $\frac{a}{2}$ od intersticijske pozicije, tj. tetragonska simetrija. Ovisno o intersticijskoj poziciji u rešetki os oktaedra usmjerena je u smjeru x, y ili z, s jednakom zastupljenošću. Tetragonska lokalna simetrija intersticijskih pozicija u BCC rešetki izvor je lokalne anizotropije koja ima različitu energiju magnetokristalne interakcije sa spontanom magnetizacijom. Smanjivanje

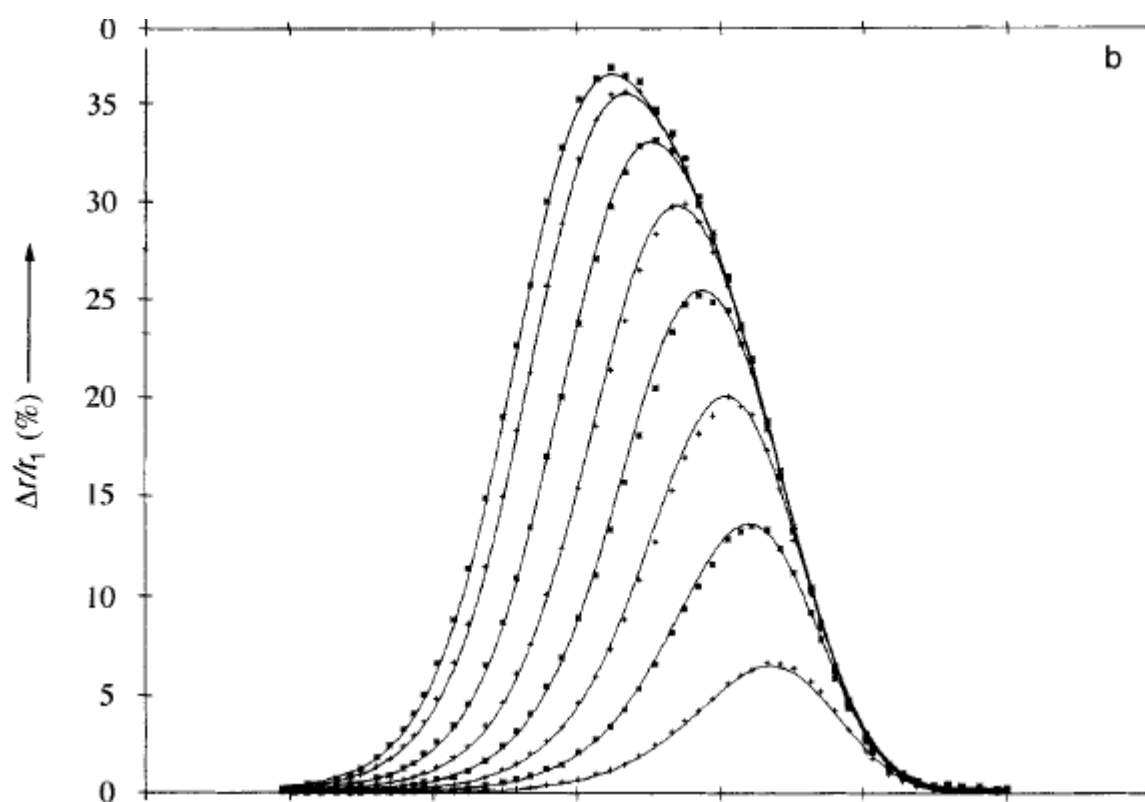
energije interakcije dešava se kroz dva procesa – reorijentacijom lokalne osi anizotropije u povoljniji smjer i preskokom atoma C u jednu od susjednih intersticijskih pozicija u kojima je os oktaedra već usmjerena u povoljnom smjeru. U FCC rešetki nema relaksacija jer intersticijske pozicije imaju kubičnu, a ne anizotropnu tetragonsku nižu simetriju. Kvantitativno proučavanje Snoekovih relaksacija bazirano je na termodinamici i kinematici relaksacija točkastih defekata u kristalima. Skok intersticijskih atoma između prvih susjednih mjesta nije samo povezan s reorijentacijom dipola, već predstavlja i osnovni korak intersticijske difuzije. Kinematika relaksacije, odnosno relaksacijsko vrijeme τ određuje poziciju Snoekovog maksimuma na temperaturnoj i frekventnoj skali. To daje informaciju o vrsti intersticijskog atoma, da li je to ugljik, dušik, kisik... Iznos Snoekovog maksimuma, tj. jačina relaksacije je iz termodinamičkih razloga proporcionalna koncentraciji intersticijskih atoma u metalu. Temperatura na kojoj se događa Snoekov maksimum T_m (za danu frekvenciju f_m) je blisko povezana s aktivacijskom entalpijom H . Maksimum se događa na vrijednosti $\omega\tau = 1$, što daje relaciju između aktivacijske entalpije H i temperature na kojoj se događa maksimum T_m .

$$H = T_m k \ln(2\pi f_m \tau_0) \quad (24)$$

Aktivacijska entalpija najčešće se određuje iz vrijednosti temperature Snoekovog maksimuma T_m i frekvencije Snoekovog maksimuma f_m . Ako je u metalu prisutno nekoliko vrsta intersticijskih atoma, očekujemo nekoliko Snoekovih maksimuma. Osim metode magnetskog post-učinka, postoji i metoda unutarnjeg trenja koja je komplementarna metodi magnetskog post-učinka, te uvelike daje iste rezultate.



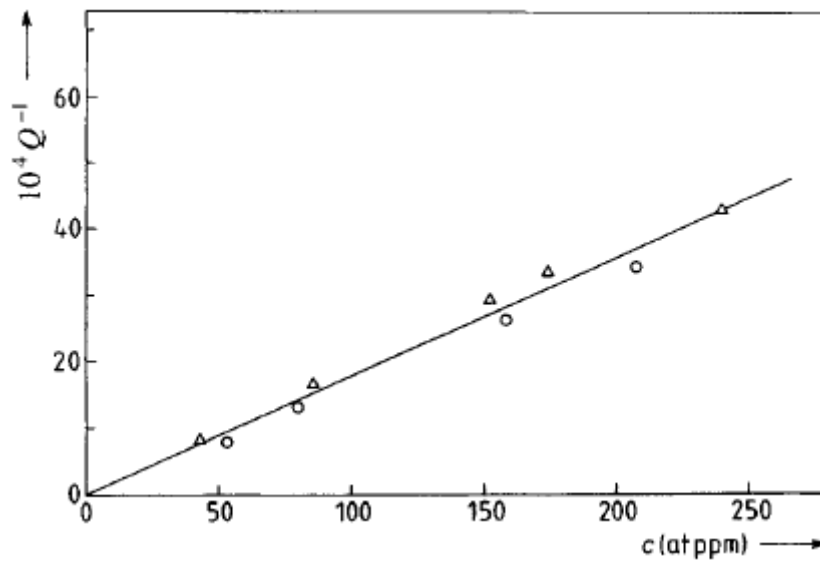
Slika 12. Spektar gubitka mehaničke energije za ugljik u željezu pomoću metode unutarnjeg trenja



Slika 13. Spektar gubitka mehaničke energije za ugljik u željezu pomoću metode

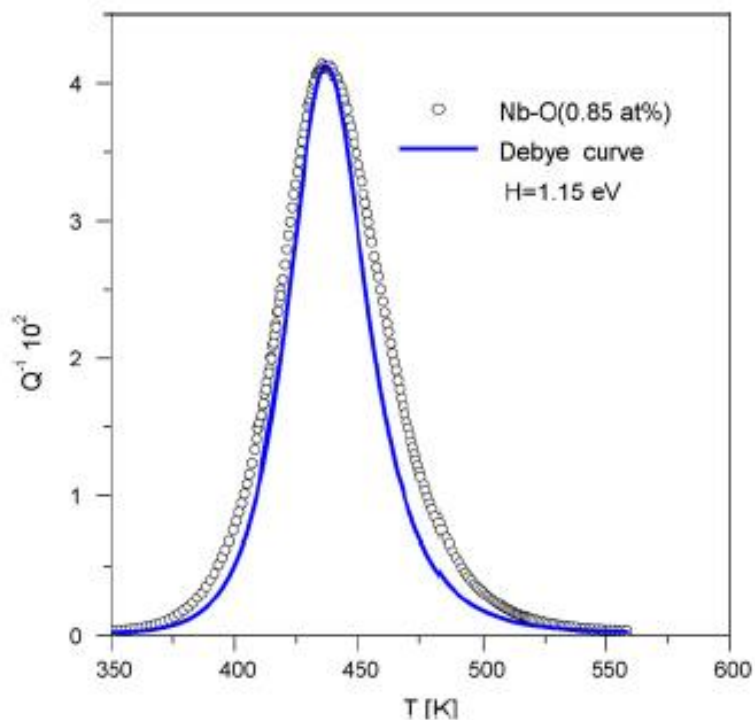
magnetskog post-ućinka

Također je pokazano da je visina Snoekovog maksimuma proporcionalna koncentraciji intersticijskih atoma u BCC metalu.[2]



Slika 14. Ovisnost visine Snoekovog maksimuma ugljika u željezu za različite koncentracije ugljika

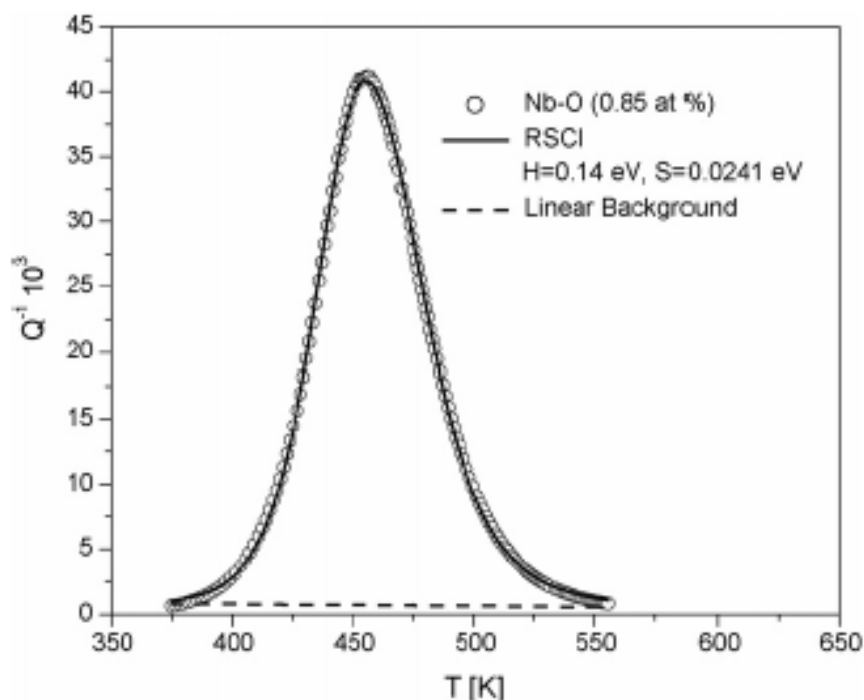
U koncentriranim intersticijskim slitinama pokazano je da s povećanjem intersticijskog sadržaja Snoekovi maksimumi postaju širi. To je najizraženije u metalima s visokim intersticijskim potencijalom kao što su niobij – kisik, tantal – kisik, niobij-dušik i tantal-niobij.[2]



Slika 15. Širenje Snoekovog maksimuma za koncentriranu intersticijsku slitinu , pr. niobij s 0.85 % kisika

Na slici je pokazano širenje Snoekovog maksimuma za koncentriranu intersticijsku slitinu, primjer je niobij s 0.85 % kisika. Širenje se objašnjava modelom u kojem interakcija intersticijskim atoma u parovima, tripletima uzrokuju dodatne diskretne maksimume. Modeli takvih klastera su bazirani na diskretnim, privlačnim interakcijama intersticijskih atoma . Daljnjim visokopreciznim mjerenjima na ultra čistim , precizno dopiranim uzorcima koji su širili Snoekove maksimume utvrđeno je da razlog nisu interakcije parova ili tripleta, već repulzivne dugodosežne interakcije. Atomski model baziran na interakciji srednjeg polja tzv. nasumične kooperativne interakcije naprezanja (RCSI model) je razvijen i uspješno primjenjen u interpretaciji mjerenja Snoekovog maksimuma. Taj model opisuje interakcije između intersticijskih atoma u BCC metalima pretpostavljajući da oni interagiraju kroz polje naprezanja okružujući elastične dipole. Za takve kristale elastični dipoli mogu biti orijentirani okomito ili paralelno jedan u odnosu na drugoga. Energija interakcije parova elastičnih dipola ovisi o udaljenostima između njih. Prema tom modelu Snoekova relaksacija za koncentrirane

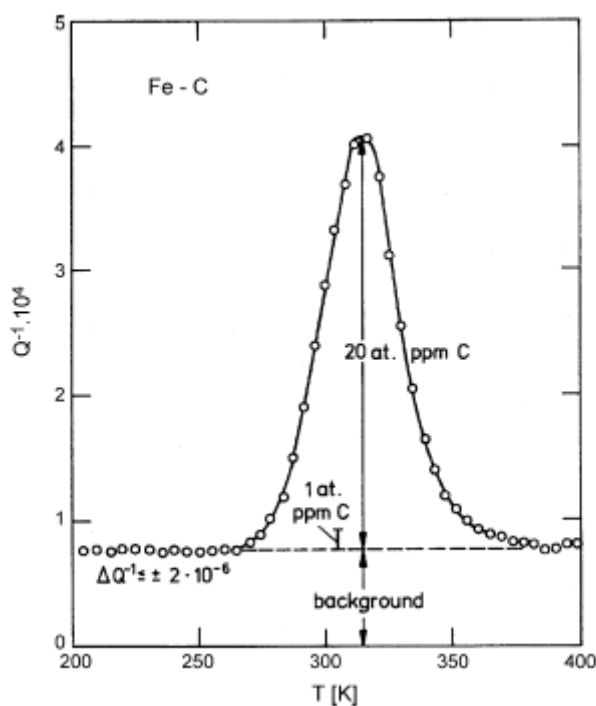
intersticijske slitine prikazuje tipičnu ne-Debyjevu relaksaciju ,dok u odsustvu interakcija postaje Debyjeva funkcija.[2]



Slika 16. Teorijska krivulja izračunata korištenjem RCSI modela

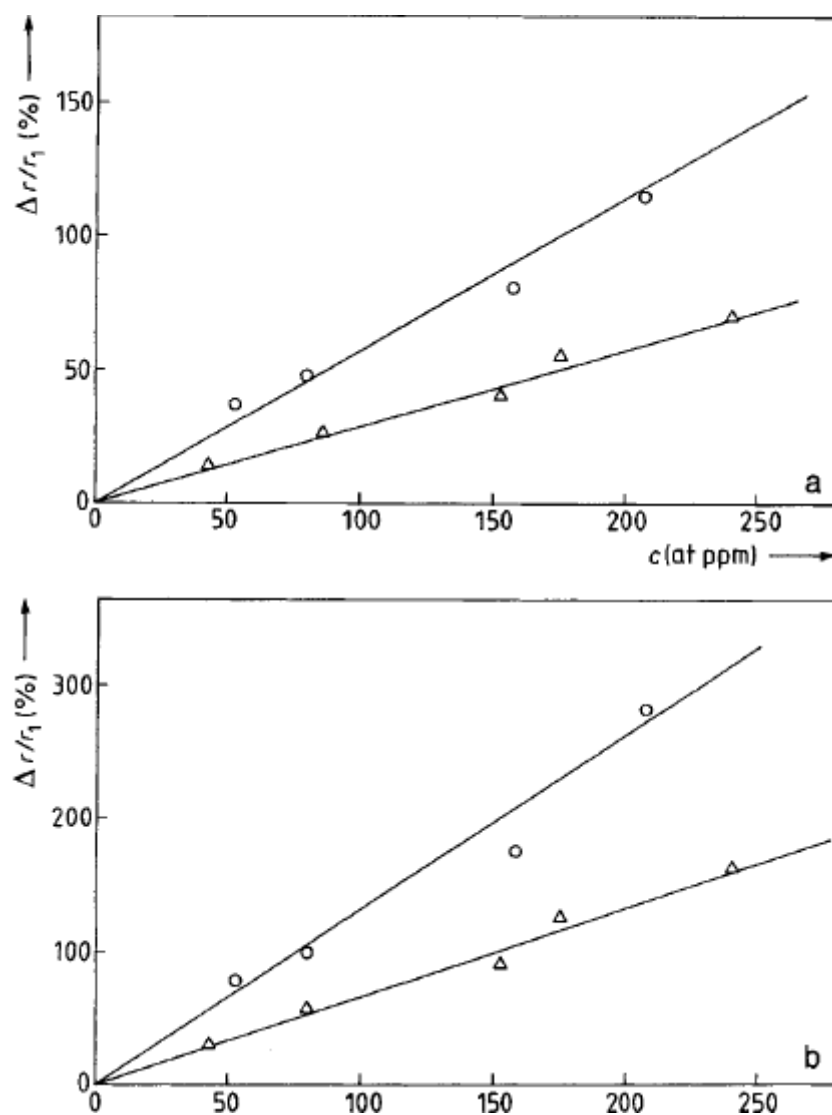
Taj model uspješno je primjenjen na Snoekov maksimum u koncentriranoj intersticijskoj slitini korištenjem nelinearne regresije. Takav interakcijski model prikladan je za širenje Snoekovih maksimuma u koncentriranoj intersticijskoj slitini. Kinetika Snoekovih relaksacija je povezana s intersticijskom difuzijom. Mjerenjima je utvrđeno kako se svi podaci mogu prikazati linearnom Arrheniusovom relacijom, kako se visokotemperaturna difuzija događa na oktaedralnim pozicijama bolje nego na tetraedarskim te kako se odstupanja od idealnog Arrheniusovog ponašanja mogu primijetiti na višim i nižim temperaturama. Podaci na visokim temperaturama za ugljik u željezu pokazuju odstupanje od idealnog Arrheniusovog ponašanja na temperaturnom području magnetske tranzicije. Prvi mehanički eksperimenti post-učinka napravljeni su bez primjene magnetskog polja , što je nužno za suzbijanje magnetoelastične relaksacije. Nadalje, interakcija intersticijskih atoma u većim intersticijskim koncentracijama ne dozvoljava analizu krivulja post-učinka za jedno relaksacijsko vrijeme. Oba razloga

objašnjavaju devijaciju od linearne Arrheniusove relacije. Većina primjena Snoekovih relaksacija u BCC metalima su povezani s mjerenjem visine maksimuma, odnosno jakosti relaksacije. Korisnost jakosti relaksacije je u proporcionalnosti između visine maksimuma i koncentracije intersticijskih atoma u metalu. Izvršena su mnoga mjerenja u svrhu ispitivanja topljivosti i taloženja. Za potrebe ispitivanja topljivosti, visina Snoekovog maksimuma promatrana je u ovisnosti o temperaturi i koncentraciji. Pokazano je da topljivost u termalnoj ravnoteži raste s temperaturom. Postoje metali s visokom topljivošću, kao kisik u tantalu ili niobiju, gdje koncentracija može doseći 1 %. U drugim sustavima, naročito željezu (željezo – ugljik, željezo-dušik), topljivost je mala, na sobnoj temperaturi tek oko 1 ppm. Veći udjeli mogu se postići naglim hlađenjem s visoke temperature što pokazuje da su Snoekovi maksimumi karakteristika metastabilnog krutog otapala. Također postoje mnogobrojna istraživanja na željezu i čeliku s ugljikom i dušikom gdje su se temperature na kojima su primijećeni Snoekovi maksimumi za frekvenciju od 1 Hz kretali oko sobne temperature, što je lako postići.[2]



Slika 17. Ugljikov Snoekov maksimum na čeličnoj žici

Na slici je prikazana osjetljivost mjerenja Snoekovog maksimuma za detekciju ugljika u željezu. Visina maksimuma indicira 20 ppm ugljika u čeliku, a limit detekcije (najmanji maksimum) je na razini od 1 ppm. Takva istraživanja imaju primjenu u industriji, npr. u čelicima s niskim udjelom intersticijskih nečistoća koji se koriste u metalu od kojih su načinjeni automobili ili spremnici za hranu. Kako bismo dobili prave jačine relaksacija, inicijalni podaci moraju biti prepravljeni u skladu s 3 stvari: faktora popunjenja zavojnice, demagnetizacijskog faktora uslijed konačne duljine uzorka i skin-efekta uzrokovanog AC poljem koje inducira vrtložne struje u visokovodljivim kristalnim metalima.[2]



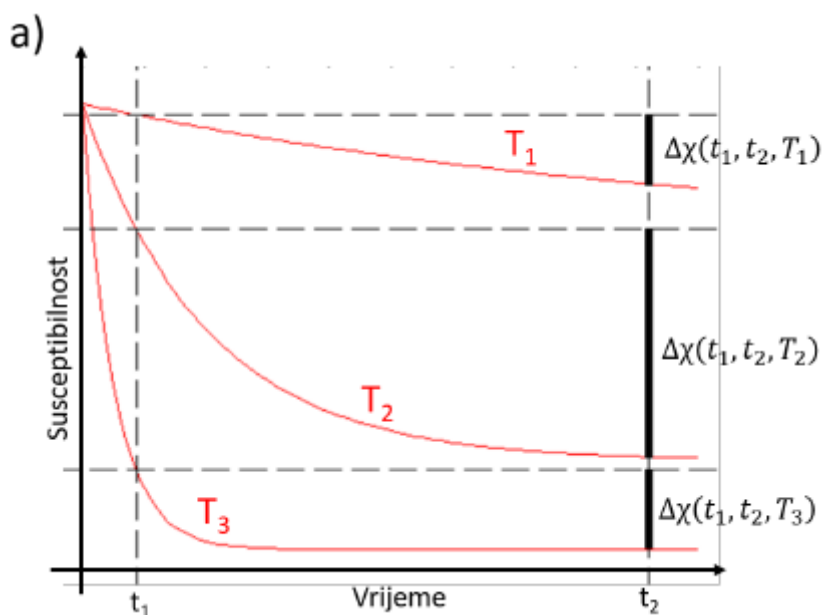
Slika 18. MAE rezultati dobiveni iz IF rezultata za ugljik i kisik u željezu te obrađeni

obzirom na 3 faktora : faktor popunjenja zavojnice, demagnetizacijski faktor i skin-efekt

6 Mjerni postav

Sama metoda mjerenja magnetske relaksacije u željezu izvršena je na izrazito preciznom AC susceptometru na Institutu za fiziku. Nakon demagnetizacije uzorka, magnetska susceptibilnost mu ne ostaje stalna, nego se lagano smanjuje u vremenu do neke konačne asimptotske vrijednosti. Taj, kako mu samo ime kaže, magnetski post - učinak zanimljiv je jer je posljedica vremenske dinamike defekata u uzorku koji se onda mogu probirati ovom metodom. Istraživano je nekoliko tipova elementarnog feritnog željeza u svrhu istraživanja materijala primjenjivog u fuzijskim postrojenjima. Uočeni su ravnotežno i termodinamički neravnotežno dobivene vrste defekata, tzv. klastera te su određeni relaksacijski parametri za intersticijske ugljike u željezu. Prošlih desetljeća rađena su brojna istraživanja na defektima u alfa-željezu. Ta istraživanja zanimljiva su i eksperimentalno i teorijski zbog tehnološke važnosti željeza za proizvodnju strukturnih čelika za nuklearna postrojenja. Željezo je pritom od fundamentalnog interesa kao predstavnik stabilnih BCC metala. Mehanička svojstva čelika određena su postojanjem i dinamikom strukturnih defekata. Motivacija ovih istraživanja je razvijanje materijala za budući fuzijski reaktor u sklopu EUROfusion kolaboracije. Čelik koji će obavijati posudu tokamaka biti će izložen jakom zračenju koje uzrokuje vlastite intersticijske defekte matrice. A upravo ti intersticijski defekti primjesa (kao što je ugljik u željezu) su anizotropni te su tetragonske konfiguracije s bitnim elastičnim dipolnim momentom koji međudjeluje s vlastitim defektima. Metoda koju smo mi koristili, magnetski post-učinak, bila je naprikladniji izbor jer ona direktno ovisi o defektima u materijalu. Ona spada u grupu relaksacijskih metoda koja daje informaciju o prisustvu specifičnih defekata u rešetci, te njihovom načinu kretanja. Domenski zidovi su trodimenzionalni pa međudjeluju s velikim brojem defekata u rešetci što uzrokuje veliku

osjetljivost ove metode na točkaste defekte. Najvažnije prednosti metode su jednostavnost mjerenja, mali interval temperatura gdje se efekt jasno vidi, te mogućnost automatizacije mjerenja. Fenomenološko objašnjenje magnetskog post-učinka bilo bi spontana promjena realne magnetske susceptibilnosti kroz vrijeme neposredno nakon demagnetizacije uzorka. To znači da se početna susceptibilnost χ_0 , asimptotski smanjuje prema nekoj konačnoj, za što kažemo da se relaksira. Svaki materijal ima točno određen temperaturni interval za koji se to događa. Ako relaksaciju promatramo na konstantnoj temperaturi, dobivamo izotermalnu krivulju ovisnosti magnetske susceptibilnosti o vremenu.[3]



Slika 19. Izotermalna krivulja ovisnosti magnetske susceptibilnosti o vremenu

Ako na njoj odaberemo dvije točke u različitim vremenima, možemo odrediti razliku susceptibilnosti u dva različita trenutka :

$$\Delta\chi = \chi(t_1, T_i) - \chi(t_2, T_i) \quad (25)$$

Nakon ponavljanja postupka za više izotermalnih krivulja na različitim temperaturama, ali s istim trenutcima, možemo dobiti izokronalnu krivulju ovisnosti $\Delta\chi(t_1, t_2, T)$ o temperaturi. To je raspodjela s maksimumom na T_{max} i padanjem s udaljavanjem od te temperature. To je vidljivo iz izotermalnih krivulja gdje se za prevelike temperature (T_3) većina relaksacije već

dogodi prije trenutka t_1 . Za premale temperature (T_1) samo mali dio relaksacije se stigne dogoditi prije trenutka t_2 , a za optimalnu temperaturu (T_2) u odabranom intervalu dogodi se većina relaksacije. Pritom su promjene susceptibilnosti neusporedivo manje od samih iznosa susceptibilnosti. Ovaj efekt uzrokovan je defektima. Za razliku od T_{max} i širine vrha ΔT_H , maksimalna relaksacija za određene trenutke $\Delta\chi(t_1, t_2, T_{max})$ proporcionalna je broju defekata pa se može koristiti za određivanje koncentracije defekata. Prema Weissovom modelu feromagnetizma, feromagnet je podijeljen na mnogo homogeno magnetiziranih domena u kojima je spontana magnetizacija usmjerena paralelno „lakim“ smjerovima magnetizacije. U alfa-željezu oni se podudaraju s jednim od mogućih $\langle 100 \rangle$ smjerova. Tranzicijske regije između susjednih zidova su Blochovi, odnosno domenski zidovi koji, u slučaju alfa-željeza imaju debljine od 30 do 65 nm. Nakon demagnetizacije uzorka, sve moguće orijentacije defekata okupirane su jednakom vjerojatnošću. Tada se s vremenom počinje povećavati broj defekata u energetski povoljnim pozicijama. Magnetski post - učinak općenito može biti orijentacijskog i difuzijskog tipa, no ovdje se bavimo orijentacijskim. Termička ravnoteža postignuta je lokalnim preslaganjem simetrijskih osi anizotropnih defekata, rotacijom u energetski povoljniji smjer.[3]

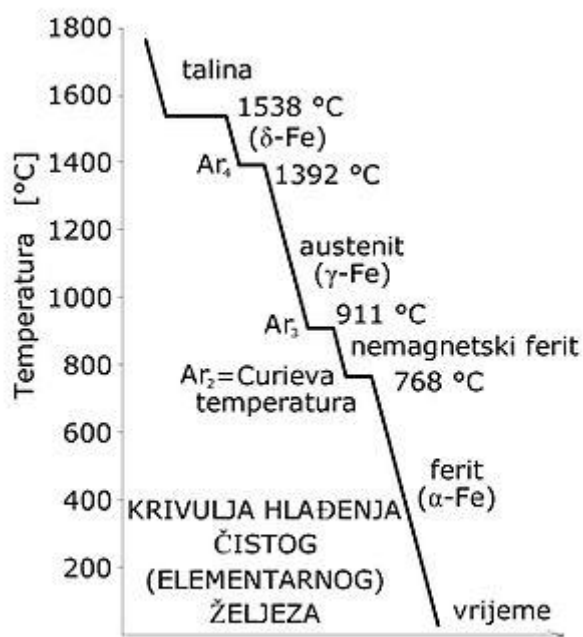
Iz toga proizlazi relacija za primjenu susceptibilnosti :

$$\frac{1}{\Delta\chi(t_1, t_2, T)} = \frac{1}{\Delta\chi_s(T)} (e^{-\frac{t_1}{\tau}} - e^{-\frac{t_2}{\tau}}) \quad (26)$$

pri čemu je $\Delta\chi_s(T)$ stabilizacijska susceptibilnost, a $\tau = \tau_0 e^{\frac{E_a}{kT}}$ inverz Arrheniusove frekvencije. Tu je E_a aktivacijska energija procesa, i ona će biti ključna u rezultatima. Ovaj diplomski rad rađen je u Laboratoriju za magnetsku AC susceptibilnost na Institutu za fiziku pa je polje korišteno u susceptometru izmjenično. Za razliku od DC susceptibilnosti, ovdje nije potreban mehanički pomak uzorka u magnetskom polju, već se signal dobiva jednostavnim vremenskom promjenom polja. Iz tog razloga se AC metoda koristi za proučavanje magnetske dinamike sustava uključujući disipaciju i njezine mehanizme.[3]

6.1 Faze željeza

Alotropije željeza ili alotropske modifikacije željeza su jedno od važnijih svojstava željeza, koja govori da se željezo u čvrstom stanju pojavljuje u više kristalnih oblika, u određenim temperaturnim područjima. Čisto željezo ima u dva temperaturna područja volumno centriranu kubičnu kristalnu strukturu (BCC), a u temperaturnom međuintervalu plošno centriranu kubičnu kristalnu strukturu (FCC). Velik broj željeznih slitina zadržava to svojstvo, koje je osnova za najznačajnije toplinske obrade. Kada otopimo čisto željezo, a zatim ga dovoljno sporo hladimo, ono se počinje skrućivati na temperaturi od 1538 °C i stvara volumno centriranu kubičnu kristalnu strukturu, koju nazivamo delta-željezo (δ -Fe), sve do temperature od 1392 °C. Ispod temperature od 1392 °C željezo počinje mijenjati kristalnu strukturu u plošno centriranu kubičnu kristalnu rešetku. Željezo s takvom kristalnom rešetkom se naziva gama-željezo ili austenit (γ -Fe). Austenit je postojan sve do 911 °C, kada ponovo mijenja kristalnu strukturu. Na temperaturi od 911 °C nastaje ferit ili alfa-željezo (α -Fe). Do temperature od 768 °C ili Curieve temperature ova modifikacija željeza je nemagnetična (i nekad pogrešno nazvana beta-željezo ili β -Fe). Ispod ove temperature α -Fe postaje magnetično. Navedena pojava vezana je uz promjenu unutrašnje energije, električne vodljivosti itd. Temperature pretvorbe jednog alotropskog oblika željeza u drugi jako ovisi o brzini promjene temperature. Pri ravnotežnom (dovoljno sporom) stabilnom ohlađivanju i zagrijavanju pretvorbe su pri istim temperaturama. Pri neravnotežnom (brzom) metastabilnom ohlađivanju i zagrijavanju postoje odstupanja od ravnoteže i to: pri zagrijavanju su odstupanja su prema višim vrijednostima temperaturama, a pri ohlađivanju prema nižima. Odstupanje je razmjerno brzini promjene temperature i naziva se temperaturna histereza temperatura pretvorbi.[9]

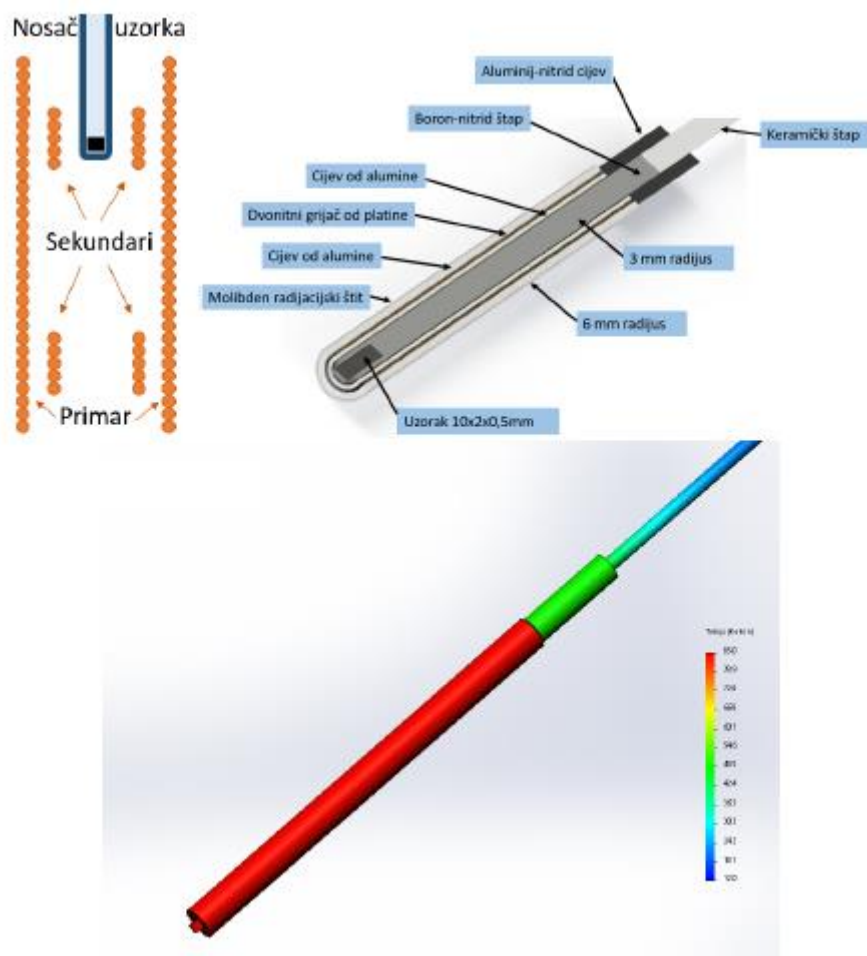


Slika 20. Krivulja hlađenja čistog (elementarnog) željeza

Delta - željezo (δ -Fe) predstavlja čvrstu otopinu ugljika u volumno centriranoj kubičnoj kristalnoj strukturi željeza, nemagnetično je, te se javlja odmah nakon skrućivanja, na temperaturi od 1538 °C sve do temperature od 1392 °C. Maksimalna topljivost ugljika u δ -Fe iznosi 0,09% C pri temperaturi od 1456 °C. Ugljik se otapa u čvrstom željezu jer su njegovi atomi puno manji od atoma Fe. Gama-željezo ili austenit (γ -Fe) je naziv za intersticijsku čvrstu otopinu ugljika u plošno centriranoj kubičnoj kristalnoj rešetki. Maksimalna topivost ugljika u austenitu puno je veće nego u feritu (2,06 % kod 1147 °C) zbog otvorenosti FCC strukture. Austenit nije stabilan na sobnoj temperaturi, ali se može pod određenim uvjetima dobiti i na sobnoj temperaturi (kaljenje, legiranje...). Uglavnom je stabilan u području od 911 °C do 1392 °C. Za naziv je zaslužan engleski metalurg William Chandler Roberts-Austen (1843. - 1902.). Tvrdća austenita je 170-220 HB (tvrdća po Brinellu) i vrlo je žilav. Alfa-željezo ili ferit (α -Fe) je naziv za intersticijsku čvrstu otopinu ugljika s volumno centriranom kubičnom kristalnom strukturom. Maksimalna topivost ugljika u α -Fe je 0,025 % kod 723 °C i samo 0,008 % na sobnoj temperaturi. To je najmekša faza u dijagramu stanja (fazni dijagram) željezo – ugljik. Ferit je kristalna struktura koja daje čeliku i lijevanom željezu magnetska svojstva; to je klasičan primjer feromagnetičnog materijala. Ferit ima vlačnu čvrstoću 280 N/mm² i tvrdću oko 80 HB (tvrdća po Brinellu). Istezljivost ferita je do 35%.[9]

6.2 Eksperimentalni postav za AC susceptibilnost/Magnetski post-učinak

Ovaj diplomski rad rađen je u Laboratoriju za magnetsku AC susceptibilnost na Institutu za fiziku pa je polje korišteno u susceptometru izmjenično. Za razliku od DC susceptibilnosti, ovdje nije potreban mehanički pomak uzorka u magnetskom polju, već se signal dobiva jednostavnim vremenskom promjenom polja. Iz tog razloga se AC metoda koristi za proučavanje magnetske dinamike sustava uključujući disipaciju i njezine mehanizme.[3]



Slika 21. Konstrukcije nosača uzorka za visoko-temperaturna mjerenja AC susceptibilnosti i MAE. Na donjoj slici prikazana je modelna raspodjela temperatura (napravljeno u SolidWorksu, autor mr.sc. Vinko Šurića) za zadanu snagu grijača uzorka (oko 10 W)

Postav se sastoji od 3 zavojnice. Najveća se koristi kao primar, kroz nju se pusti izmjenična struja koja stvara vremenski promjenljivo magnetsko polje. Sekundari se nalaze unutar primara

i puno su manji. U jedan od njih se stavi uzorak na kojem se mjeri susceptibilnost te je tada napon na tom sekundaru slijedeći :

$$V_A = \mu_0 N \frac{d}{dt} [S \cdot (H + \alpha M)] \quad (27)$$

gdje je μ_0 permeabilnost vakuuma, N broj navoja sekundara, S površina njegovog poprečnog presjeka, H narinuto magnetsko polje primarom, α geometrijski faktor definiran dijelom volumena koji zauzima uzorak u sekundaru, a M magnetizacija uzorka. Obzirom da je M samo mala korekcija na H , određivanje susceptibilnosti iz ove relacije bilo bi neprecizno, stoga imamo drugi sekundar koji se nalazi u istom magnetskom polju, unutar primara, te je pažljivo izrađen da bude identičan prvom , pa daje signal :

$$V_B = \mu_0 N \frac{d}{dt} (S \cdot H) \quad (28)$$

Sekundari pokazuju razliku magnetskih polja nekoliko redova manju od kasnije mjerene magnetizacije. Sekundari se stavljaju u primar daleko jedan od drugog da njihovi utjecaji jedan na drugi međuobno budu zanemarivi. Duguljasti uzorak se stavlja u jedan sekundar na sredinu da se izbjegnu rubni efekti. Da bi magnetsko polje bilo homogeno i jednako duž obje zavojnice potreban je dugačak i precizno, pod mikroskopom motan primar. Polje je visoko homogeno, no postoji mali gradijent koji se koristi za uštimaavanje sekundara aksijalnim pomicanjem prazne zavojnice. Dva sekundara se spajaju serijski tako da im se signali oduzimaju , a dobiveni signal ima visoku preciznost :

$$V_- = \mu_0 N S \alpha \frac{dM}{dt} \quad (29)$$

Kada kažemo susceptibilnost, najčešće mislimo na linearni odziv sistema u kojem vrijedi relacija $M = \chi H$, ali generalno treba uzimati $\chi = \frac{dM}{dH}$ pa onda relacija prelazi u :

$$V_- = \mu_0 N S \alpha \frac{dM}{dH} \frac{dH}{dt} = i\omega \mu_0 N S \alpha \chi H \quad (30)$$

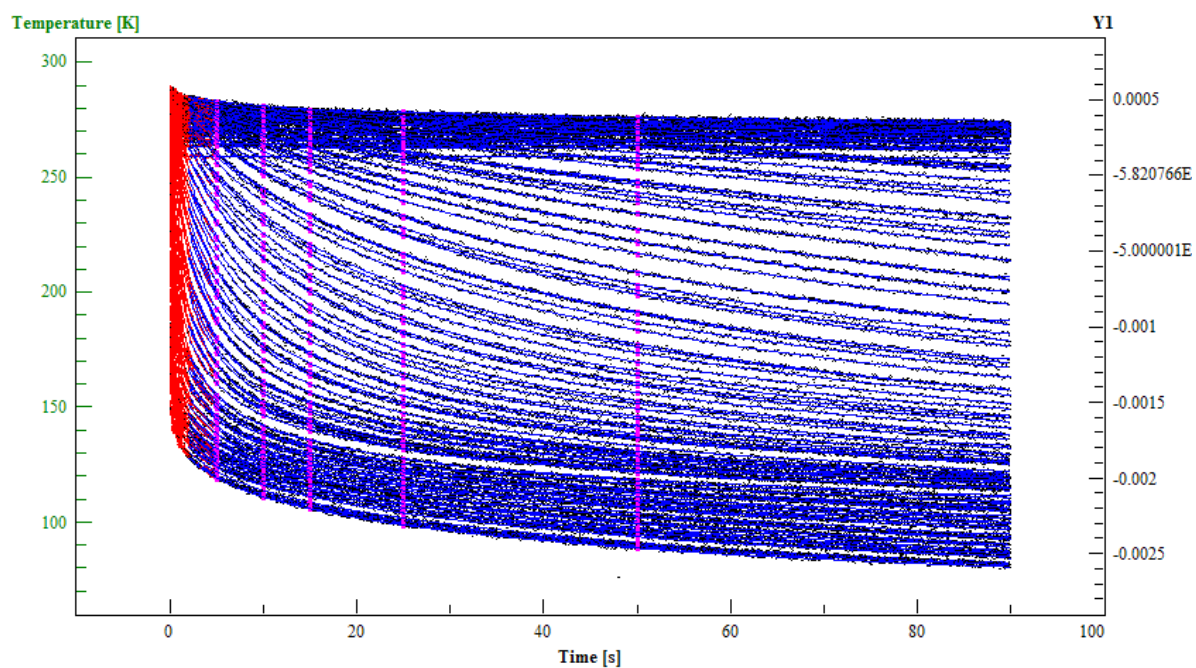
gdje je uzeto u obzir da polje harmonički oscilira. To se može pojednostaviti istovremenim mjerenjem zbroja napona na sekundarima :

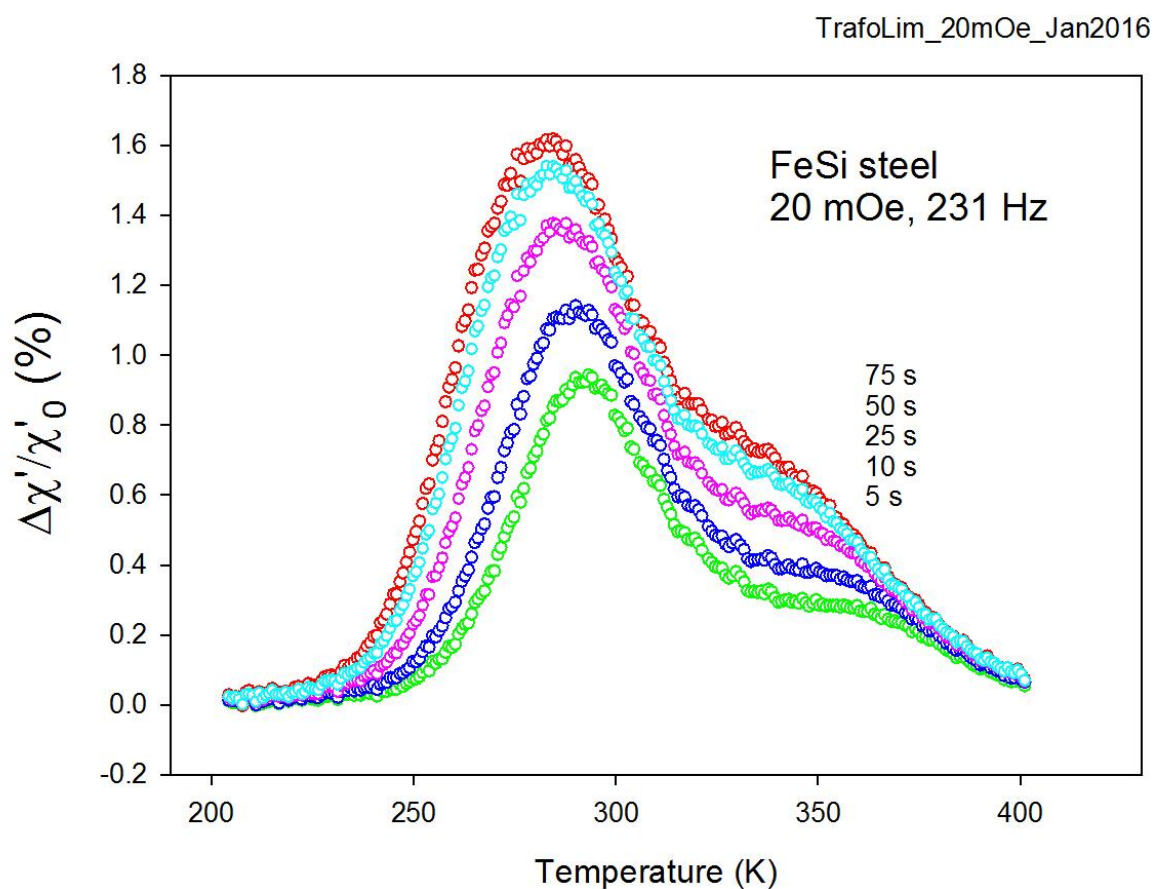
$$V_+ \approx i\omega 2\mu_0 N S H \quad (31)$$

Kada s tim podijelimo razliku, izbacimo nezanimljive veličine iz računa. Imaginarna jedinica znači da je signal pomaknut u fazi u odnosu na pobudu. Pomak se može pojaviti još i u magnetizaciji, uzrokovan disipacijom i drugim elementima koji određuju impedanciju kruga, pa je potrebno mjeriti osjetljivo na fazu. Za to služi fazno osjetljivo (lock- in) pojačalo koje omogućuje nezavisno određivanje realne i imaginarne komponente magnetskog odziva. Realni dio linearne susceptibilnosti je odziv u fazi i daje ga mjerenje na frekvenciji koja odgovara frekvenciji pobude, a imaginarni dio je odziv pomaknut u fazi. Nelinearni doprinosi mjere se na višim harmonicima pobudne frekvencije jer se zapravo radi o deriviranom harmoničkom oscilatoru. Dovođenjem pobudnog signala, uz signal od uzorka, direktno na lock- in možemo zaključati na frekvenciju pobude. On množi predpojačalom pojačani signal uzorka s pobudnim signalom te ga potom integrira kroz zadani vremenski prozor. To diferencijalno pojačalo ima dobre karakteristike što omogućuje mjerenje malih signala uz vrlo mali šum. Još bolja osjetljivost postiže se dodatnim spajanjem transformatora, s omjerom pojačanja 1:1000, između detekcijskih zavojnica i ulaza u lock- in. Tipični signal veličine $0.05 \mu V$, nakon transformatora i lock-ina pojačan je na 5 mV. Nosač uzorka namijenjen je MAE mjerenjima na visokim temperaturama, u ovom radu do 600 K. Uzorak se stavlja samo na dno nosača koji se drži na stabilnoj temperaturi. Štapić od boron-nitrida izrazito je visoke termalne stabilnosti pa je temperatura poznata tokom mjerenja uz visoku preciznost. On je učvršćen u tanku cjevčicu napravljenu od Al_2O_3 kroz koju prolazi žica (platina ili nehrđajući čelik) grijača uzorka. Cijeli uzorak obavljen je molibdenom koji čuva toplinu jer bi ona inače izašla radijacijom. Pri visokim temperaturama se gubi čak i 90 % topline, pa je molibden ključan za postizanje visokih temperatura. Boron-nitrid je pričvršćen za keramički štapić koji za vrijeme mjerenja ima visoki gradijent temperature čime je vrući dio aparature (uzorak) izoliran od hladnog dijela (zavojnice). Struja prolazi kroz dvije niti grijača u oba smjera čime se magnetski tokovi dokidaju, a dolazi putem aluminij-nitridne cijevi. Za precizno očitavanje temperature termočlankom koristimo Peltierov element kojem se elektronički može zadati referenca. Njime se održava referentna temperatura ($0^\circ C$) hladnog spojišta termočlanka. Korištenje Peltierovog elementa umjesto standardne smjese vode i leda omogućuje nam bolju temperaturnu razlučivost. Brzo i točno kontroliranje temperature moguće je zbog male termalne inercije čitavog sistema uzorak-nosač, koja je posljedica dobre termalne vodljivosti boron-nitrida i male mase sistema. To je važno da bi oblik MAE vrhova bio pouzdan, a potrebno je postizati široki raspon temperatura, od temperature dovoljno niske da se više ne opaža nikakav MAE (za čelik oko 200 K) do temperature 600 K kako bismo vidjeli kako visoke temperature utječu na defekte. Nekompenzirani rezidualni signal dolazi od samog sistema zavojnica, a njega je lakše otkloniti

ako je on temperaturno neovisan. Radi toga zavojnice moramo držati na fiksnoj temperaturi, a mijenja se samo temperatura uzorka. Sve su zavojnice iz tog razloga uronjene u tekući dušik, a kriostat s tekućim dušikom služi kao veliki hladni spremnik jer stalnim odvođenjem topline održava temperaturu primara fiksnom unatoč izvorima topline iznutra. Kriostat treba biti podosta veći od samog primara jer se razina dušika polako spušta, a njegovo dotakanje prilikom mjerenja uzrokuje velike šumove. Temperaturnu kontrolu uzorka moguće je vršiti promjenom tlaka kontaktnog plina u cijevi nosača i korištenjem grijača. U prvom slučaju plinoviti helij služi kao medij za izmjenu topline između kriostata i uzorka. Tlak se u cijevi nosača regulira korištenjem vakuumske pumpe i otvaranjem i zatvaranjem njezina ventila. Toplinska vodljivost tekućeg helija za niske tlakove pri niskim temperaturama ovisi samo o tlaku plina, pa je podešavanje tlaka plina sasvim dovoljno za regulaciju temperature ispod ≈ 25 K. Iznad te temperature jača zračenje i kondukcija topline preko nosača. Zato daljnje smanjivanje tlaka više ne smanjuje toplinsku vodljivost helija pa je za daljnje grijanje uzorka potrebno uključiti grijač. Temperature manje od 4,2 K moguće je doseći tehnikom smanjivanja tlaka helija u čitavom kriostatu. Time se snižava vrelište helija jer se iz kriostata ispumpavaju molekule helija koje ga povisuju. Najniža temperatura ovisi o karakteristikama pumpe, no za ovaj rad nije bilo potrebe ni za takvim režimom hlađenja ni za tekućim dušikom, već su korišteni samo električni grijač za uzorak i tekući dušik za zavojnice. Preciznost određivanja temperature u našim mjerenjima je s točnošću od 10^{-3} K. Također je moguće podešavanje brzine grijanja što je važno jer se njome manipulira termalnom inercijom sistema. Upravljanje je automatizirano, a program napisan u VisualBasicu te se njime kontrolira gotovo cijelim postavom. Automatski kontrolirani nisu jedino transformator (Princeton applied research) i dodatno pojačalo (National instruments BNC-2090). Ručno još preostaje spojiti sve komponente i dotakati dušik. Na računalu se mogu mijenjati parametri strujnog izvora (Keithley 6221) i lock-in pojačala (Signal recovery DSP 7265), ali i očitavati vrijednosti signala s lock-ina i nanovoltmetra (Keithley 2182) koji mjeri napon na termočlanku. Temperaturna kontrola se vrši pomoću računala koje upravlja grijačem (kućna izrada) i ventilima vakuum pumpe. Računalom se pokreću i zaustavljaju mjerenja, određuje usrednjavanje mjerenja na istim parametrima, vrijeme između prikupljanja podataka te se pohranjuju i obrađuju podaci. Računalom se može pozicionirati uzorak unutar detekcijske zavojnice u takav položaj gdje je signal najjači. Sistem za pomicanje, koji obuhvaća motor i vreteno, spojen je na nosač uzorka iznad kriostata. Zbog kritičnog gušenja u sistemu potrebno je pripaziti da se uzorak prije svakog seta mjerenja pozicionira u detekcijsku zavojnicu uvijek iz istog smjera pomaka nosača. Sistem za pomicanje nosača je spretan jer je važno na kraju svakog seta mjerenja završiti s još par izmjerenih točaka s uzorkom podignutim visoko iznad detekcijskih zavojnica. Tako se određuje

zajednički signal preostao kada su obje zavojnice prazne , koji se prilikom obrade podataka naknadno oduzima od svih prvotno izmjerenih vrijednosti signala. Obrada izmjerenih podataka obuhvaća još kalibraciju prilikom koje se razlika napona dijeli zbrojem napona na detekcijskim zavojnicama te množi poznatom kalibracijskom konstantom proizašlom iz geometrije postava zavojnica.[3]



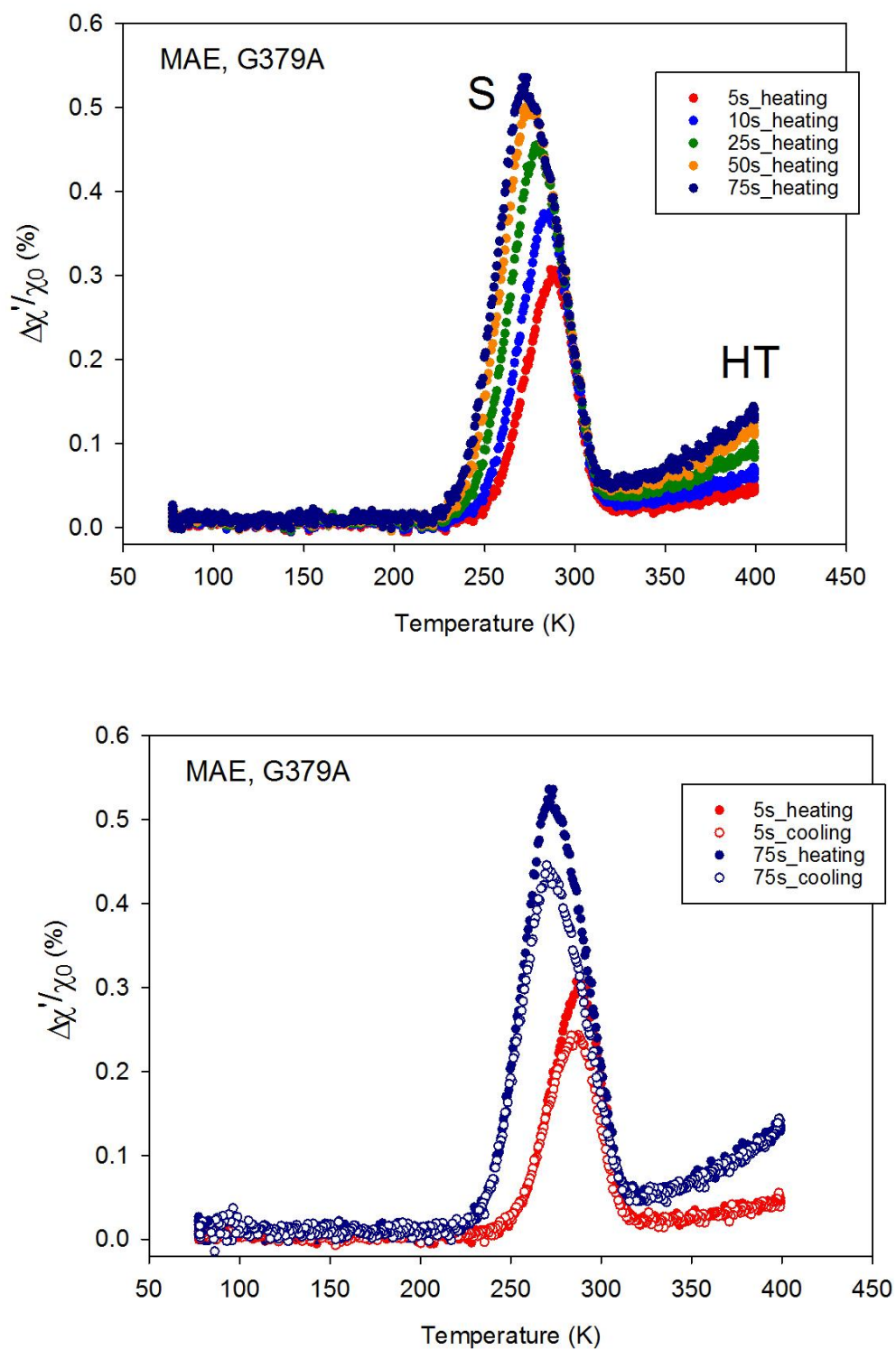


Slika 22. Ishodišna mjerenja (gornji panel) za konstrukciju MAE rezultata (donji panel) na uzorku transformatorskog lima (Fe4%Si) u širokom rasponu temperatura ($100\text{ K} < T < 400\text{ K}$). Svaka krivulja na gornjem panelu prikazuje relaksaciju AC susceptibilnosti na konstantnoj temperaturi

7 Rezultati mjerenja

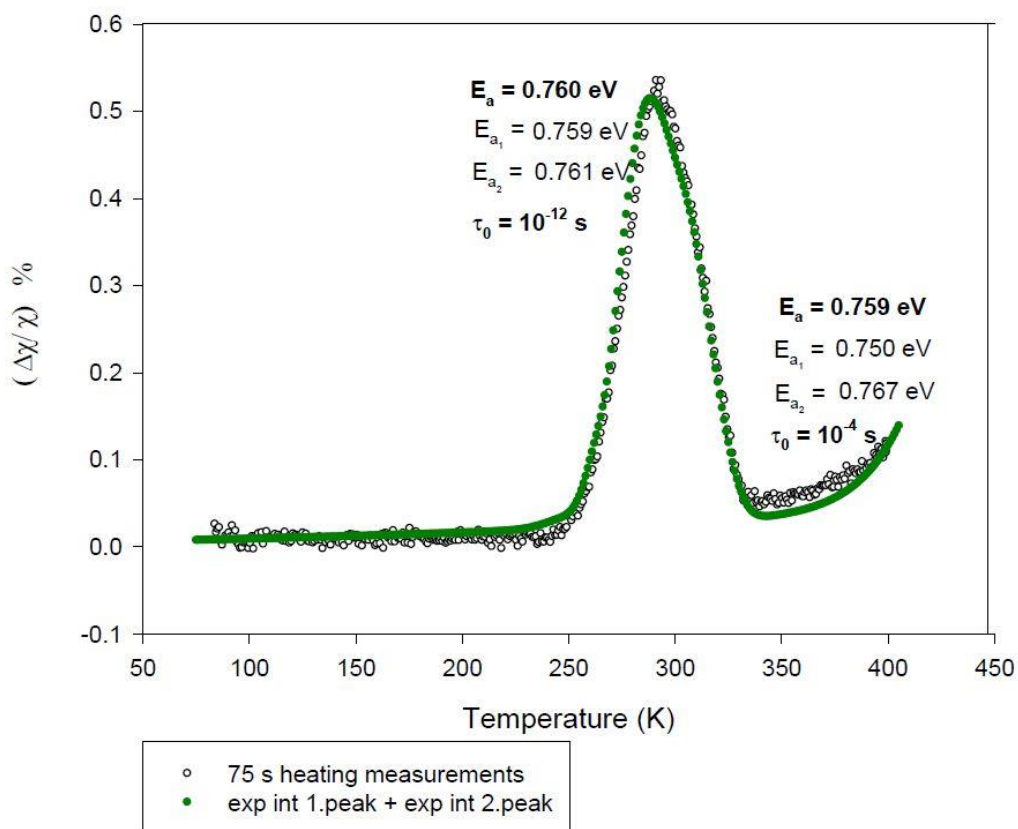
7.1 Čisto željezo

G379A Fe



Slika 23. MAE mjerenja za uzorak G379A

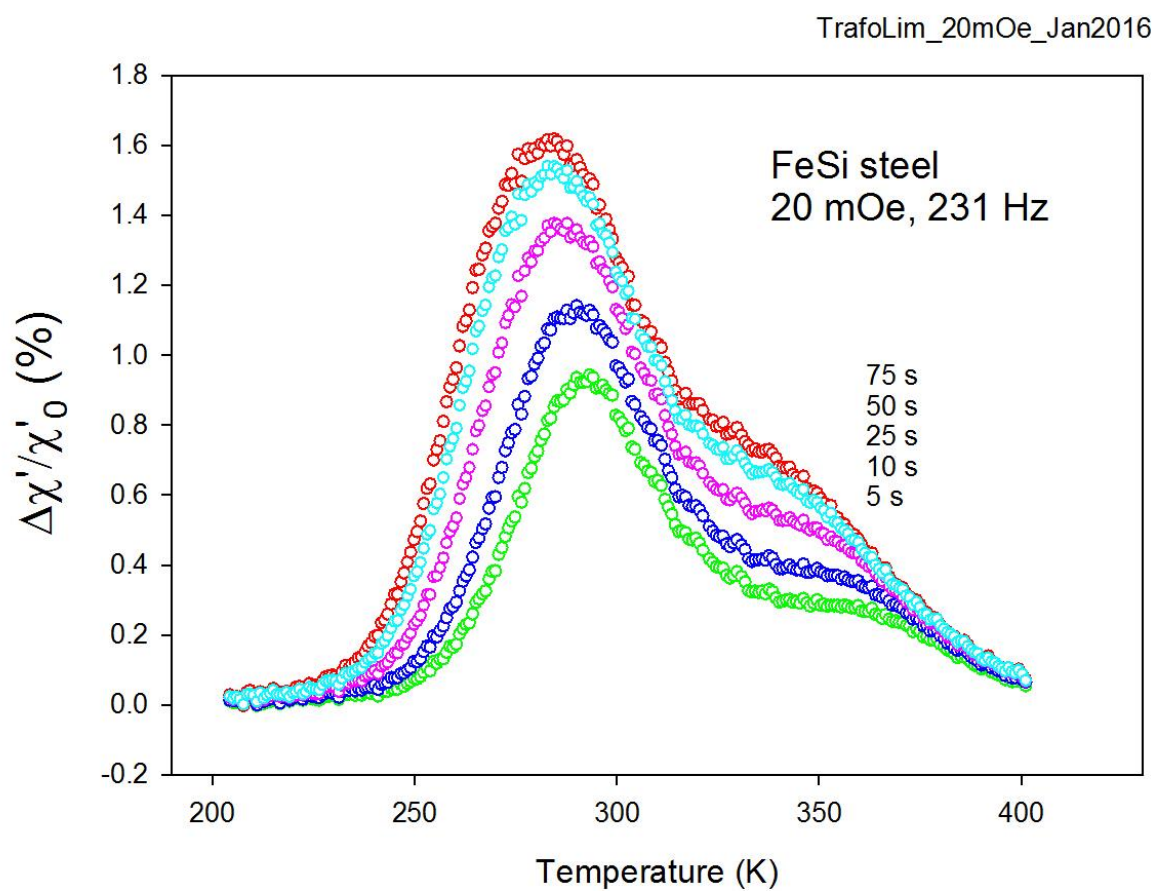
G379A



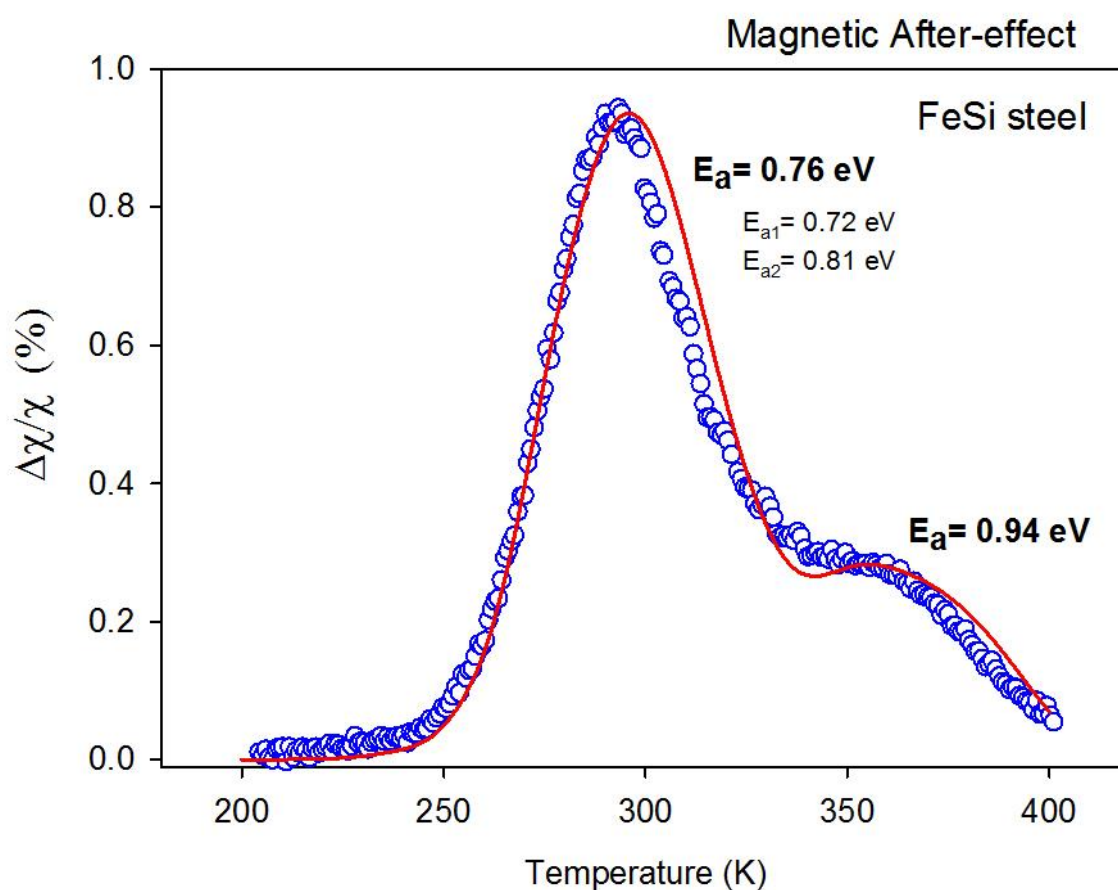
Slika 24. Prilagođeni rezultati za uzorak G379A

Mjerni uzorak G379A je čisto željezo s malim udjelom ugljika (oko 20 ppm). Možemo primijetiti Snoekov maksimum za kojeg je karakteristična temperatura oko 280 K. Za zagrijavanje u trajanju od 5 s iznos maksimuma mu je 0.3 %, a za zagrijavanje u trajanju od 75 s iznos maksimuma mu je 0.55 %. Vidimo da krivulja grijanja slijedi krivulju hlađenja što potvrđuje da se radi o Snoekovoj relaksaciji. Maksimumi kod hlađenja su pomaknuti ulijevo na temperaturnoj skali i manjeg su iznosa, no to nam ne daje neku pravilnost. Pri zagrijavanju maksimum doseže 0.3 % za 5 s i 0.55 % za 75 s, a pri hlađenju maksimum doseže 0.25 % za 5 s i 0.45 % za 75 s. Prilagodba je vršena pomoću formule (15). Za Snoekov maksimum izračunata je aktivacijska energija $E_a = 0.76 \text{ eV}$, te aktivacijsko vrijeme od $\tau_0 = 10^{-12} \text{ s}$. Raspon aktivacijskih energija je od $E_{a_1} = 0.759 \text{ eV}$ do $E_{a_2} = 0.761 \text{ eV}$. Na višoj temperaturi nazire se maksimum za kojeg smo izračunali aktivacijsku energiju

$E_a = 0.759$ eV, te aktivacijsko vrijeme od $\tau_0 = 10^{-4}$ s. Raspon aktivacijskih energija je od $E_{a_1} = 0.750$ eV do $E_{a_2} = 0.767$ eV. Primjećujemo da su iznosi Snoekovih maksimuma velikih iznosa u čistom željezu. Pri aproksimaciji krivulje dobivene mjerenjem korištena je superpozicija dvaju funkcija koje su uključivale eksponencijalni integral. Uzorak G379A ima oko 20 ppm ugljika. Ostali uzorci (sa kromom) imaju nešto više ugljika.



Slika 25. MAE mjerenja za trafoLim



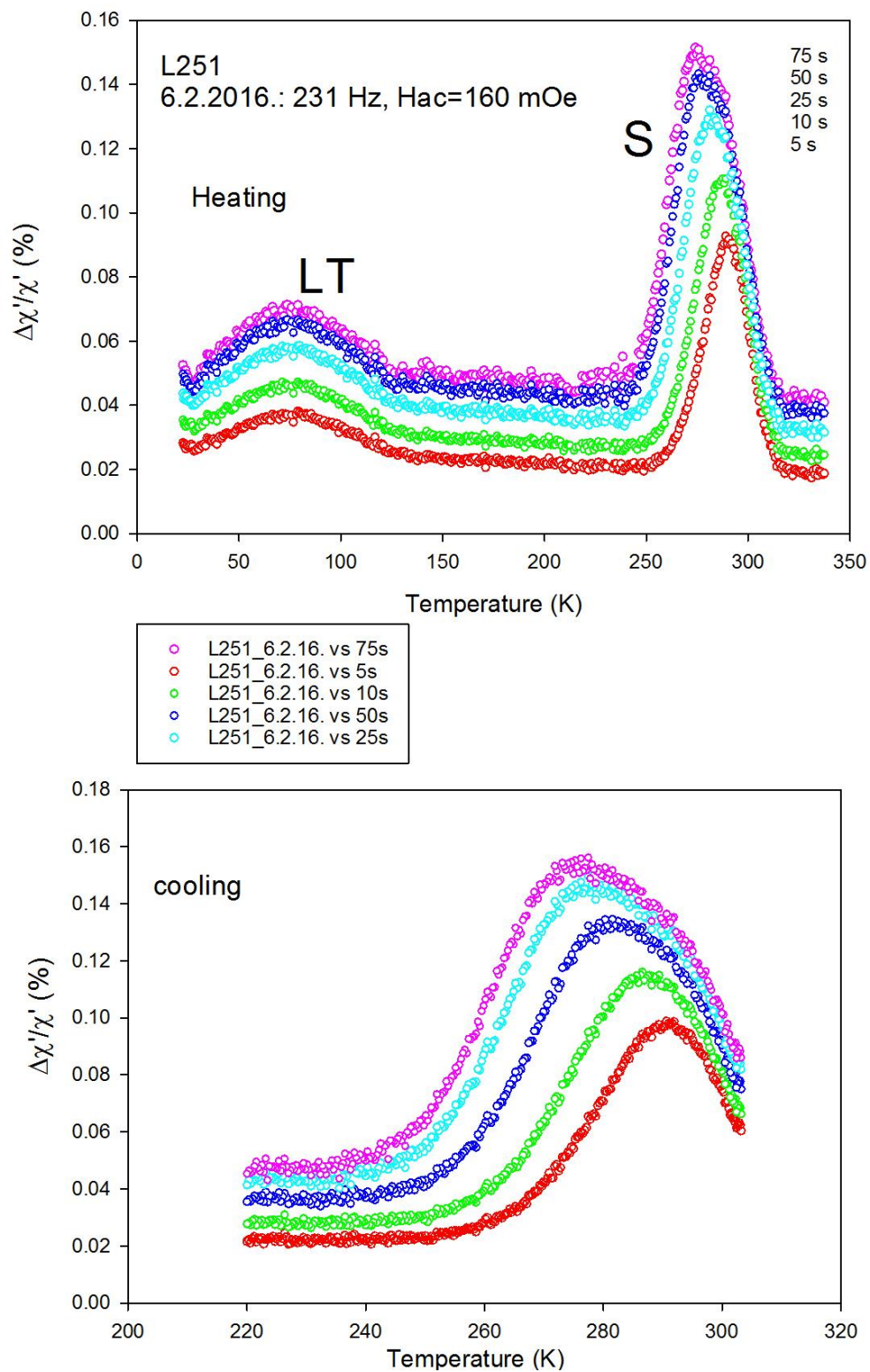
Slika 26. Prilagođeni rezultati za trafolim

Trafolim je meko (feritno) željezo. Primjećujemo Snoekov maksimum na temperaturi oko 280 K. Iznos Snoekovog maksimuma za 5 s je 0.9 %, a za 75 s je 1.65 % što je jako veliki iznos. Pri aproksimaciji krivulje dobivene mjerenjem korištena je superpozicija dvaju funkcija koje su uključivale eksponencijalni integral, formula (15). Za Snoekov maksimum izračunata je aktivacijska energija $E_a = 0.76 \text{ eV}$, a raspon aktivacijskih energija je od $E_{a1} = 0.72 \text{ eV}$ do $E_{a2} = 0.81 \text{ eV}$. Na višoj temperaturi nazire se maksimum s aktivacijskom energijom

$E_a = 0.94 \text{ eV}$.

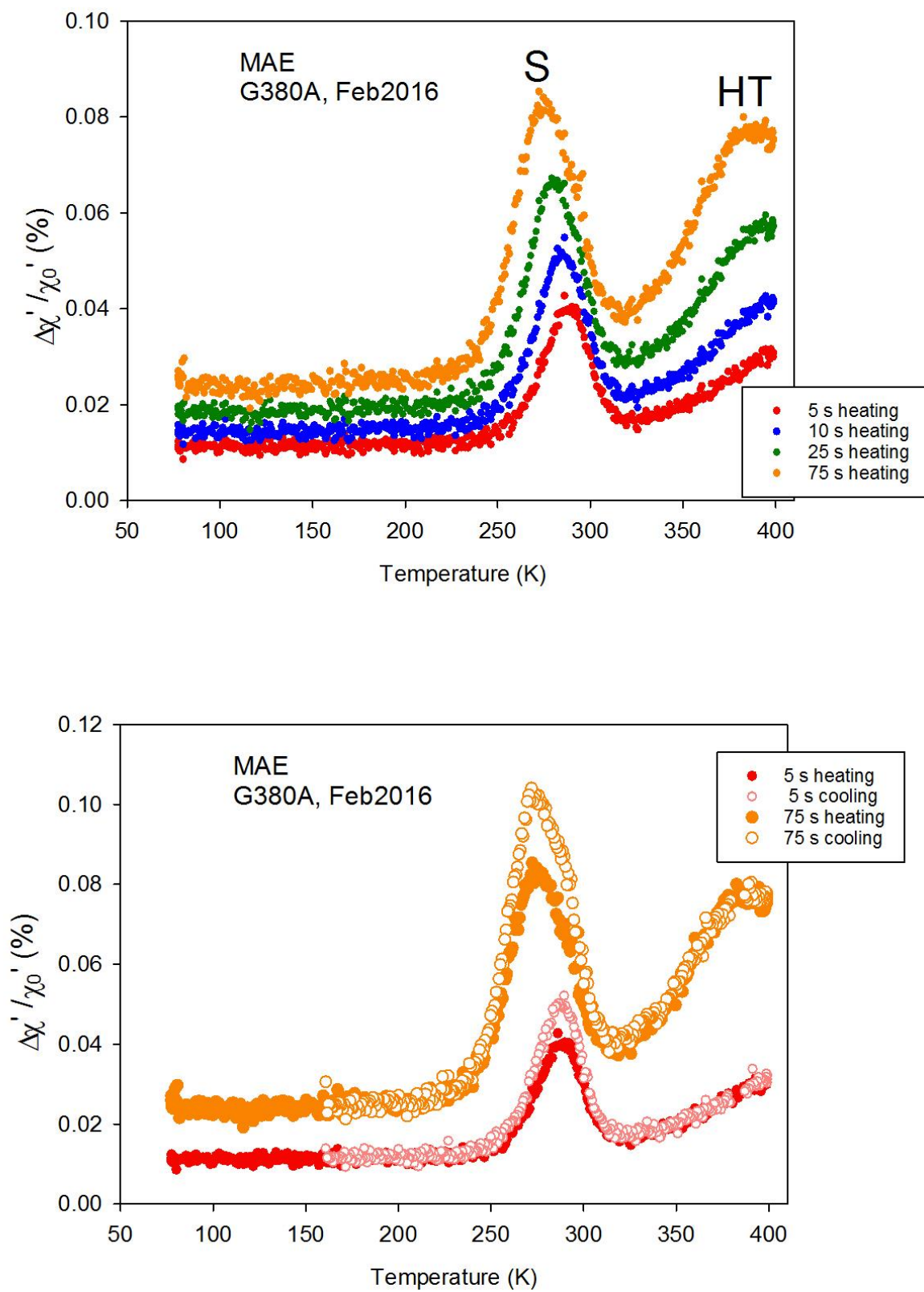
7.2 Legure železa s različitim udjelima kroma

L251 Fe 2.5 % Cr, ferritic



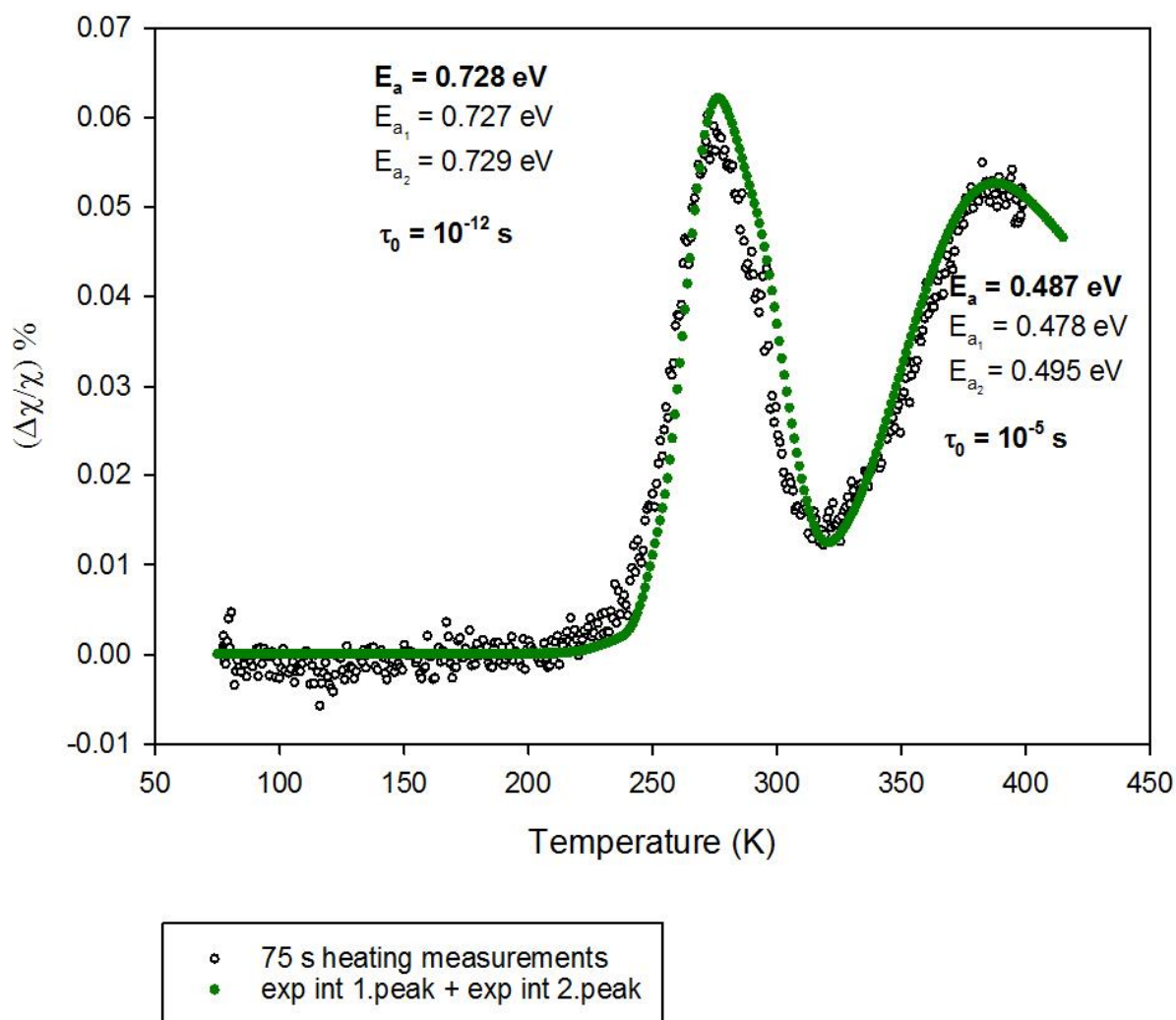
Slika 27. MAE mjerenja za uzorak L251

Legura L251 je feritno željezo s udjelom od 2.5 % kroma. Pri zagrijavanju je uočljiv Snoekov maksimum u iznosu od 0.09 % za 5 s i 0.15 % za 75 s , a pri hlađenju Snoekov maksimum ima iste iznose. Snoekov maksimum dogodio se na temperaturi 280 K.



Slika 28. MAE mjerenja za uzorak G380A

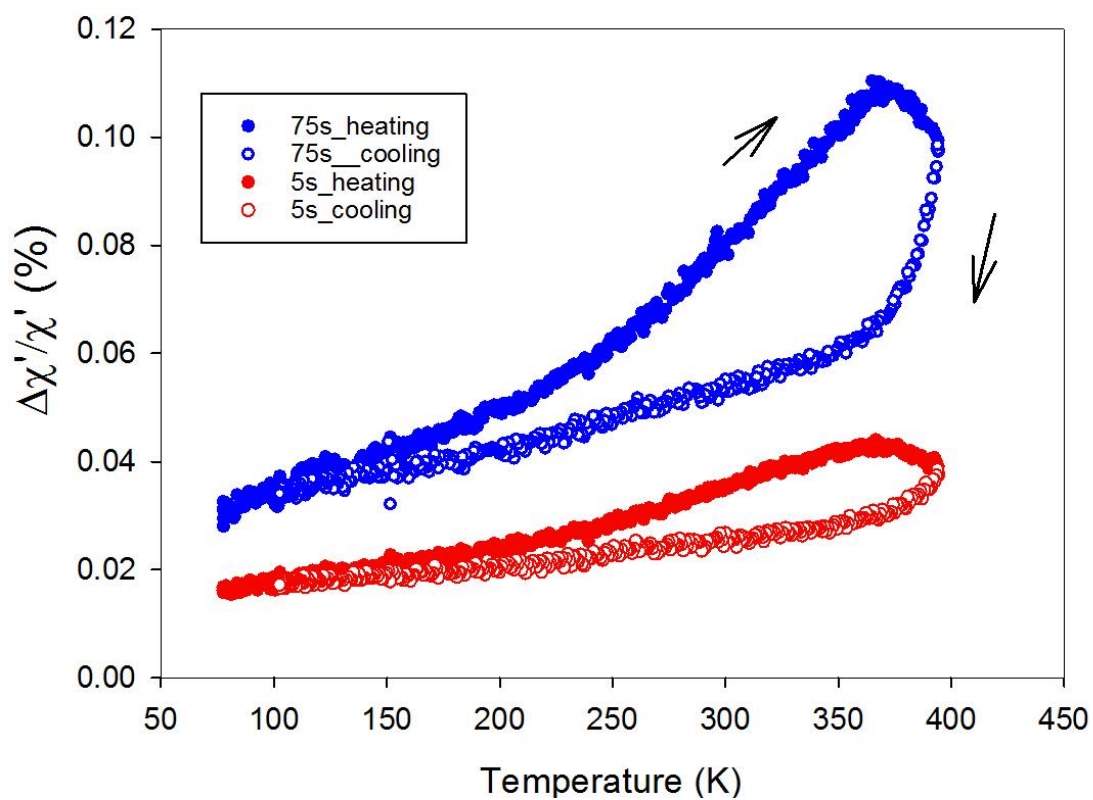
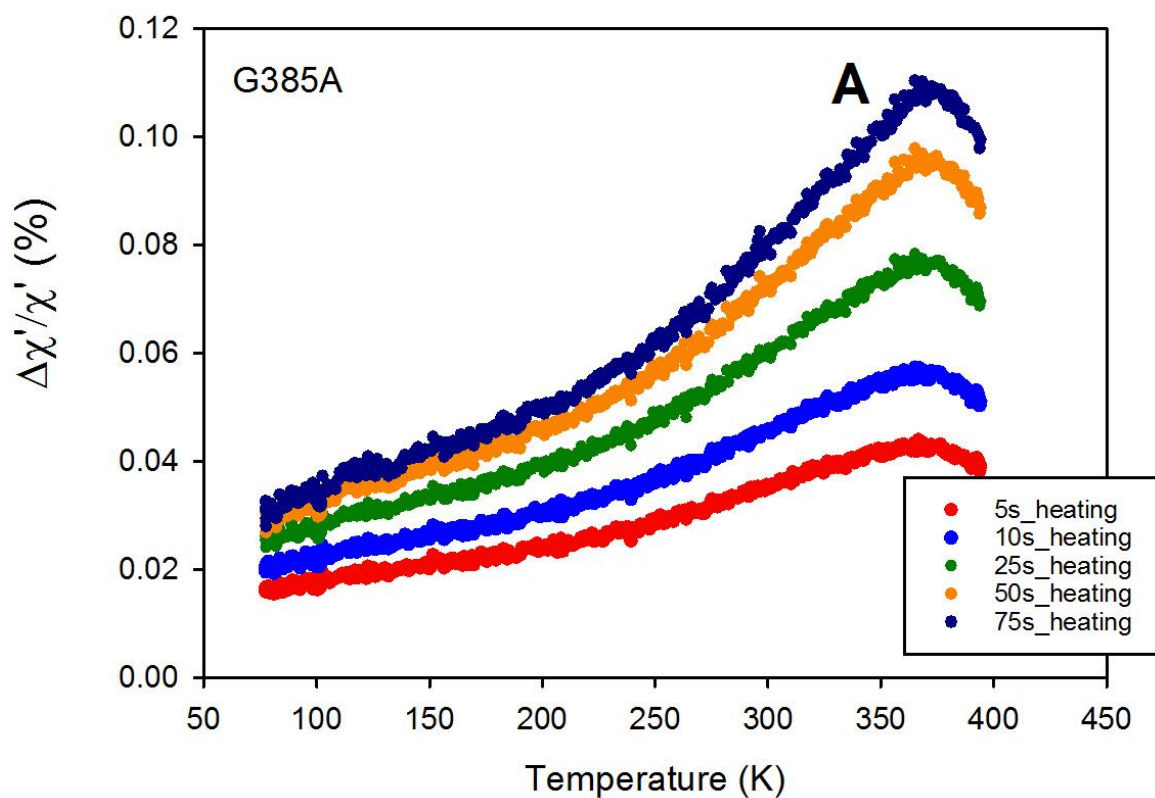
G380A



Slika 29 . Prilagođeni rezultati za uzorak G380A

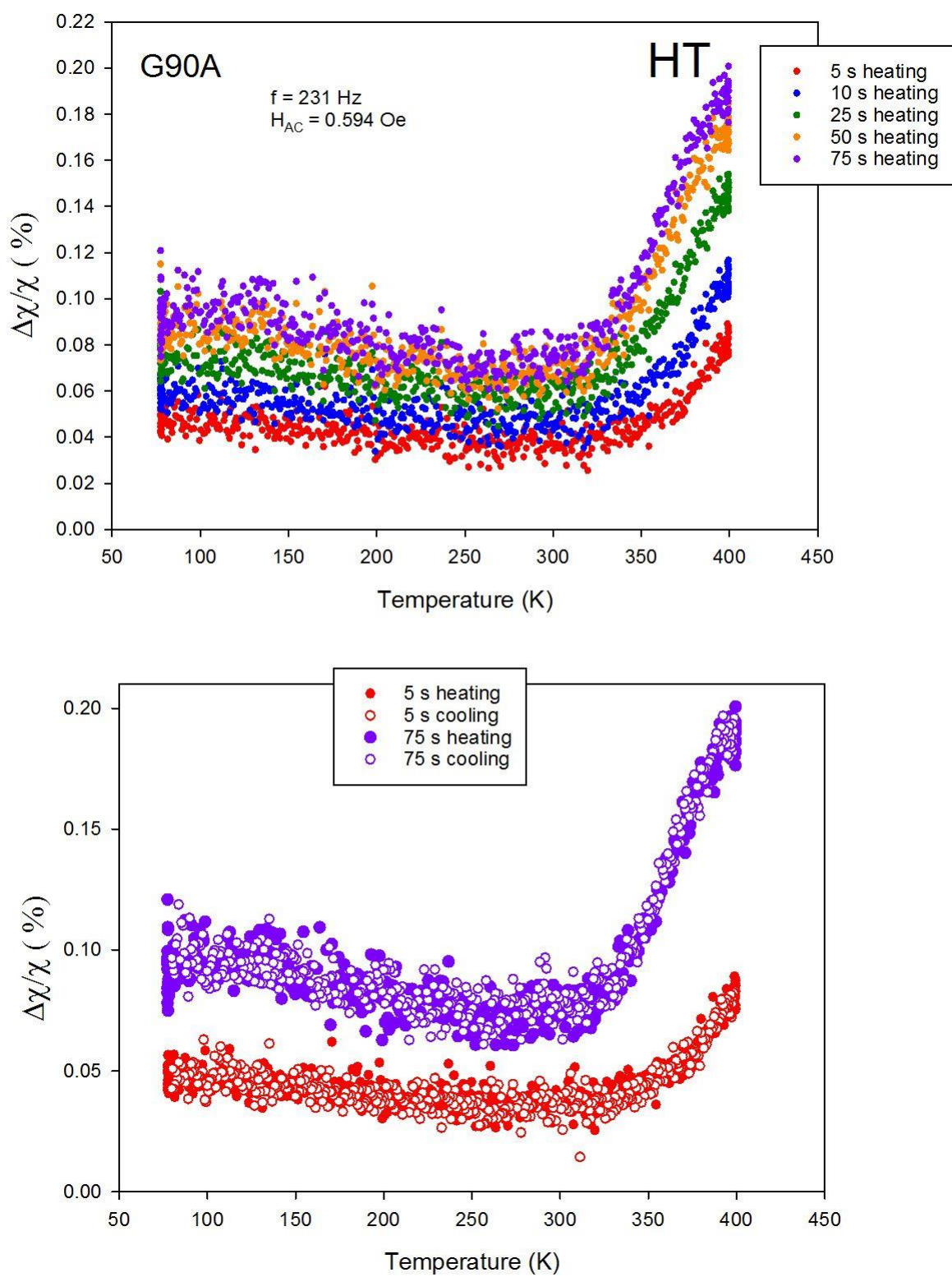
Legura G380A je feritno željezo s udjelom od 5 % kroma. Uočen je Snoekov maksimum na temperaturi oko 280 K s iznosima pri zagrijavanju od 0.035 % za 5 s i 0.085 % za 75 s, a pri hlađenju Snoekov maksimum ima iznose 0.05 % za 5 s i 0.1 % za 75 s te je pomaknut malo udesno na temperaturnoj skali što je u suprotnosti s ponašanjem pri hlađenju za uzorak G379A. Krivulje hlađenja ne odstupaju od krivulja zagrijavanja što je dodatna potvrda da je riječ o Snoekovom maksimumu. Pri aproksimaciji krivulje dobivene mjerenjem korištena je superpozicija dvaju funkcija koje su uključivale eksponencijalni integral, formula (15). Prilagođavanjem rezultata za Snoekov maksimum izračunata je aktivacijska energija

$E_a = 0.728 \text{ eV}$, te aktivacijsko vrijeme od $\tau_0 = 10^{-12} \text{ s}$. Raspon aktivacijskih energija je od $E_{a_1} = 0.727 \text{ eV}$ do $E_{a_2} = 0.729 \text{ eV}$. Na višoj temperaturi se događa drugi maksimum za kojeg je izračunata aktivacijska energija $E_a = 0.487 \text{ eV}$, te aktivacijsko vrijeme od $\tau_0 = 10^{-5} \text{ s}$. Raspon aktivacijskih energija je od $E_{a_1} = 0.478 \text{ eV}$ do $E_{a_2} = 0.495 \text{ eV}$.



Slika 30 . MAE mjerenja za uzorak G385A

Uzorak G385A je feritno željezo s udjelom od 9 % kroma. On ne pokazuje Snoekovu relaksaciju. Vidimo da krivulja hlađenja ne prati krivulju zagrijavanja. Odstupanje krivulje hlađenja od krivulje zagrijavanja ovisno je o brzini hlađenja. Što je ta brzina manja, razlika između krivulje zagrijavanja i krivulje hlađenja je veća. Odstupanje krivulje hlađenja od krivulje grijanja ukazuje na dekompoziciju entiteta (za sada neidentificiranih klastera) koji su odgovorni za MAE signal.



Slika 31. MAE mjerenja za uzorak G90A

Uzorak G90A je feritno željezo s udjelom od 14 % kroma . U uzorku G90A nema traga od Snoek relaksacije jer je ona uvijek treba biti na istoj temperaturi (oko 280 K). Porast MAE signala iznad 350 K dolazi od neke druge relaksacije koja je generička za sve uzorke s Cr. Rezultati svih naših mjerenja ovise o povijesti uzorka (grijanju/hlađenju, mehaničkoj obradi ukoliko je bilo...).

8 Zaključak

- Metoda AC susceptibilnosti je vrlo uspješno implementirana u mjerenju specifičnog magnetskog post učinka.
- Rezultati upućuju na jaku ovisnost Snoekovih relaksacija o povijesti uzorka (grijanju, hlađenju, mehaničkoj obradi ukoliko je bilo...)
- Naznaka nekih relaksacija na višim temperaturama upućuje da se mjerno područje treba proširiti na više od 450 K.
- S porastom koncentracije kroma Snoekovi maksimumi naglo nestaju.
- Na višim temperaturama postoje relaksacije koje nisu Snoekove.
- Ova metoda je jako osjetljiva na koncentraciju ugljika (osjetljivost oko 1 ppm) jer 20 ppm vidimo kao veliki maksimum (oko 4 %).

Dodatak

Metodički dio

U današnje vrijeme težimo interaktivnoj istraživački usmjerenoj nastavi fizike. Pritom nastojimo razvijati razumijevanje fizike kroz kombiniranje znanja i znanstvenog razmišljanja i zaključivanja, potaknuti smislenije i dublje učenje od čistog memoriranja te odražavati istraživački karakter fizike kao znanstvene discipline. U istraživački usmjerenoj nastavi fizike učenici traže odgovore na znanstvena pitanja, formuliraju i testiraju hipoteze, osmišljaju i provode pokuse, samostalno zapisuju svoja predviđanja, opažanja i zaključke te prezentiraju drugima svoje rezultate i argumentirano ih brane. U takvom obliku nastave pokusi služe za upoznavanje fizikalnih pojava, razvijanje sposobnosti sistematičnog opažanja, opisivanja, zaključivanja te testiranja hipoteza i eksperimentlnih vještina. Sat je strukturiran od uvodnog, središnjeg i završnog dijela. U uvodnom dijelu se otvara problem i upoznaje nova pojava, odnosno ideja. U središnjem dijelu sata se primjenjuje vođeno istraživanje , u kojem učenik sam dolazi do odgovora uz pomoć nastavnika pri nailasku na poteškoće. Zatim se pojava opisuje matematički te se konstruira model. U završnom dijelu se model primjenjuje i evaluira te se postavljaju konceptualna pitanja. Problem se najčešće otvara pitanjem ili pokusom nakon čega se prikupljaju učeničke ideje, a to nam je prilika za povezivanje sadržaja sa životom i učeničkim prijašnjim znanjima. Upoznavanje nove je pojave je od izričite važnosti jer učeniku daje motivaciju i orijentaciju. Govori što nas zanima, zašto nam je to važno i o čemu se radi. U središnjem dijelu sata primjenjujemo vođeno istraživanje koje započinje istraživačkim pitanjem kako istražiti novu pojavu ili koncept te o čemu to ovisi i kako to opisati. Učenici predlažu pokuse, izvode ih ili promatraju, opisuju , daju predviđanja i konstatiraju opažanja te zapisuju i analiziraju rezultate. Dio u kojem se konstruira model i matematički opisuje pojava je istraživački dio u kojem učenici osim gradiva upoznaju i znanstvene procese te razvijaju brojne sposobnosti. U završnom dijelu sata se primjenjuje i evaluira konstruirani model pomoću konceptualnih pitanja, mogućeg vraćanja na uvodni problem , jednostavnih zadataka i aplikacijskih pokusa. Taj dio sata učeniku pruža priliku za evaluiranje novog znanja, koje mu je značenje, čemu to može poslužiti i na koja pitanja pomoću njega možemo odgovoriti. Nastavniku daje mogućnost da provjeri postignuti stupanj razumijevanja kod učenika. U realnosti postoje mnoga ograničenja u nastavi fizike . Samo neka od njih su oprema, vrijeme, količina gradiva i motivacija učenika. Istraživački usmjerena nastava fizike može značajno povećati učinkovitost nastave fizike i pomoći razvijanju važnih sposobnosti kod učenika . Ona ne mora biti „sve ili ništa“, moguće je postupno uvođenje kroz niz odabranih tema te

promatranje učeničkog odziva na takav oblik nastave. To nije samo jedna metoda, već obuhvaća niz nastavnih metoda koje se mogu postupno uvoditi i proširivati. Učenici i studenti su na predavačkoj nastavi većinom pasivni, te se za vrijeme same nastave rijetko događa značajno učenje. Učenje počinje tek kad učenici pred test ili ispit krenu sami proučavati i procesirati sadržaje, no ono je tada bitno ograničeno sposobnošću svakog pojedinca i pomoći koja mu je dostupna. U konačnici, učenici su u tom tipu nastave prepušteni sami sebi i nije čudno da učinak takvog učenja najčešće neće biti zadovoljavajući. Rješenje ovog problema je učiniti učenike aktivnima na samoj nastavi, kako bi se već tu počeo odvijati proces učenja. Edukacijska istraživanja u fizici pokazala su da je interaktivna nastava fizike puno učinkovitija od predavačke, kako u konceptualnom razumijevanju, tako i u razvijanju sposobnosti rješavanja zadataka. To je pokazalo istraživanje američkog fizičara Hakea na srednjoškolskom i studentskom razumijevanju gradiva mehanike. Učinkovitost interaktivne nastave fizike uvelike ovisi o vještini nastavnika, a ono što njome želimo postići je intelektualna angažiranost učenika za vrijeme nastave ili aktivno učenje. Većina učenika i studenata nije sposobna samostalno učiti jer ne znaju koja pitanja da si postave pa im je potrebno značajno vođenje od strane nastavnika. Stoga je potrebna interakcija učenika i nastavnika. Interaktivnu nastavu možemo definirati kao svaki tip nastave koji promiče aktivno učenje kroz interakciju učenika i nastavnika i učenika međusobno. U kvalitetnoj interaktivnoj nastavi nastavnik treba otvoriti problem, ići od divergentnih prema konvergentnim pitanjima, pokušati angažirati sve učenike, optimalno čekati na odgovor i ne odgovarati sam na svoja pitanja, pozitivno se odnositi prema učenicima, izbjegavati retorička pitanja i pitanja na koja se odgovara jednom riječi, dodatno naglasiti i povezati učeničke odgovore, pomoći učenicima da dođu do zaključka, odgovarati pitanjima, pohvaliti odgovore i to ne samo one točne te ići polako kroz nastavu. Jedno od temelja interaktivne nastave fizike su konceptualna pitanja. Ona su važna za razvoj razumijevanja fizikalnih koncepata te za razvoj sposobnosti zaključivanja. Da bi bila produktivna za nastavu ta pitanja ne smiju biti trivijalna, ali niti preteška, ne smiju biti trik pitanja, a dobro je ako ponuđeni odgovori nude neke česte tipične pogreške u rezoniranju. Iako su razvijena za fakultet, konceptualna pitanja primjenjiva su i u školi. Konceptualna se pitanja mogu i trebaju koristiti u školskoj nastavi fizike, a odgovore učenici mogu davati pomoću kartica u boji označenim slovima A, B, C, D. Važno je tražiti učenike da istovremeno podignu kartice, kako bi se izbjeglo prerano gledanje tuđih odgovora. Na taj se način može aktivirati svakog učenika da daje odgovor, nastavnik dobiva informaciju o stupnju razumijevanja koncepta kod učenika, a diskusija o pitanju među učenicima i s nastavnikom pomaže razviti sposobnost zaključivanja kod učenika, te produbljuje njihovo razumijevanje koncepata. U interaktivnoj nastavi fizike vrlo važnu ulogu imaju i pokusi. Da bi poslužili učenju pokusi ne smiju biti samo ilustracija i

posebni efekti, nego temeljni dio nastave, u koji učenici moraju biti uključeni. Pokusi mogu služiti upoznavanju pojave i otvaranju problema (na početku sata) ili rješavanju problema (u kasnijim fazama sata). U svim je slučajevima potrebno učenicima objasniti eksperimentalni postav i opisati što će se napraviti. Da bi se dobila njihova pozornost i uključenost, važno je pitati ih što predviđaju da bi se moglo dogoditi, a nakon izvođenja pokusa pitati ih što su opazili, te tada krenuti u interaktivno tumačenje pokusa. Ako pokus služi rješavanju problema, važno je potaknuti učenike da ga sami osmisle. Tu se pruža prilika za razvijanje izuzetno važnih vještina poput sposobnosti identifikacije relevantnih varijabli i kontrole varijabli, a istovremeno se postiže i aktivna uključenost učenika u nastavu. Ako se radi o mjerenju, važno je ispisati na ploču rezultate svih grupa i diskutirati ih. Također, bilo bi dobro formirati grupe u kojima će učenici rješavati zadatke. Prvo bi trebalo vizualizirati, razumjeti i prepoznati problem, dati fizikalni opis problema, dati matematički opis, provesti rješavanje i evaluirati rezultat. Učenike treba uputiti u ovih pet koraka, formirati skupine od (idealno) troje učenika različitih sposobnosti i dati im zadatak koji nije trivijalan, ali niti prezahtjevan, te koji zahtijeva razmišljanje, a ne samo uvrštavanje u formulu. Pokazalo se dobrim povremeno koristiti zadatke s kontekstom, u kojima nije eksplicitno navedeno koja se fizikalna veličina traži, a može biti dano više podataka nego li je potrebno za rješavanje, te učenici sami moraju procijeniti koji su podaci relevantni, a koji nisu. Uloga je nastavnika da obilazi skupine i pomogne, ako pojedina skupina zapne, te da se na kraju rješavanja prodiskutiraju rješenja, kao i tipični problemi u rješavanju na koje su učenici nailazili. Rješavanje zadataka u skupinama pomaže i lošijim i boljim učenicima. Lošiji učenici imaju priliku sudjelovati u misaonom procesu pristupa problemu boljih učenika, slobodnije postavljaju pitanja i izražavaju svoje poteškoće u razgovoru s kolegama, nego u razgovoru s nastavnikom. Bolji učenici dobivaju pak priliku da poučavaju, da posvijeste i verbaliziraju svoj pristup zadatku i time također napreduju. Pokazuje se da učinak skupine redovito nadmašuje učinak najboljeg člana skupine. U nastavku je dana priprema za interaktivan istraživački sat fizike za nastavnu jedinicu "Magnetsko polje električne struje". Priprema je pisana za drugi razred opće gimnazije i predviđena je za dva školska sata.

NASTAVNA PRIPREMA IZ FIZIKE

OBRAZOVNI ISHODI (OČEKIVANA UČENIČKA POSTIGNUĆA)

Učenici će nakon sata moći :

- opisati pojam magnetskog polja električne struje
- navesti mjernu jedinicu za magnetsko polje i protumačiti je
- navesti i protumačiti matematički izraz za magnetsko polje
- opisati značenje permeabilnosti
- opisati magnetsku silu između dvije paralelne ravne žice
- navesti izraz za magnetsku silu između dvije paralelne ravne žice i protumačiti ga
- definirati mjernu jedinicu za električnu struju, amper
- primijeniti magnetsko polje električne struje u zadacima i konceptualnim pitanjima
- razvijati sposobnosti zaključivanja, produbljivanja razumijevanja koncepata, identifikacije varijabli i kontrole varijabli

ODGOJNI ISHODI

Učenici će tijekom sata :

- usvajati vrijednosti poput uljudnosti i poštivanja drugih učenika
- razvijati pozitivni odnos prema radu
- formirati vlastito mišljenje na temelju činjenica i argumentirati
- izražavati vlastito mišljenje te poštivati tuđe mišljenje
- poticati interes za znanost
- usvajati radne navike

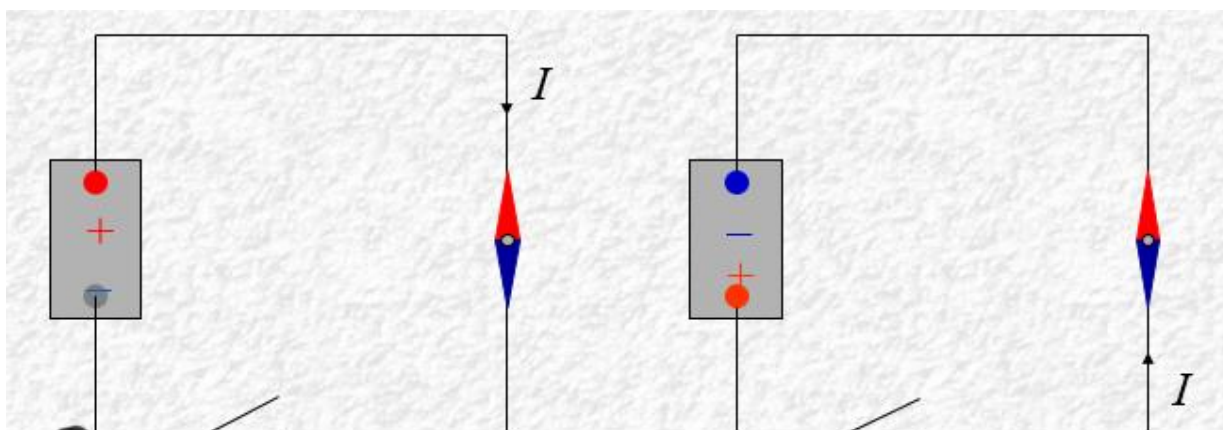
TIJEK NASTAVNOG SATA

1) Uvodni dio : otvaranje problema,prikupljanje ideja,upoznavanje pojave

UVODNI PROBLEM : Što će se dogoditi s magnetskom iglom kada je stavimo u blizinu vodiča kojim teče struja ?

OPSERVACIJSKI POKUS :

Uzimamo žicu kojom puštamo struju.Puštamo struju te žici približavamo kompas.



Učenici opažaju da se magnetska igla otklanja u blizini vodiča kojim teče struja. Kada pustimo struju u jednom smjeru magnetska igla se otklanja u jednu stranu,a kada pustimo struju u drugom smjeru magnetska igla se otklanja u drugu stranu.

Zašto se magnetska igla otklanja ?

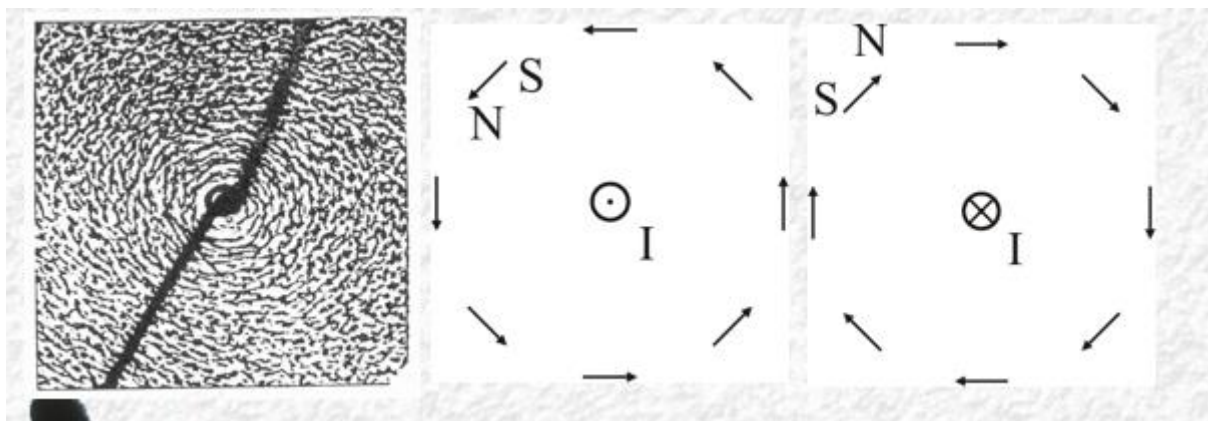
Učenici zaključuju da se oko vodiča kojim teče struja stvorilo magnetsko polje.

2) Središnji dio : istraživanje pojave i konstrukcija modela

ISTRAŽIVAČKO PITANJE 1 : *Kako izgledaju linije magnetskog polja oko ravnog vodiča kojim teče struja ?*

ISTRAŽIVAČKI POKUS :

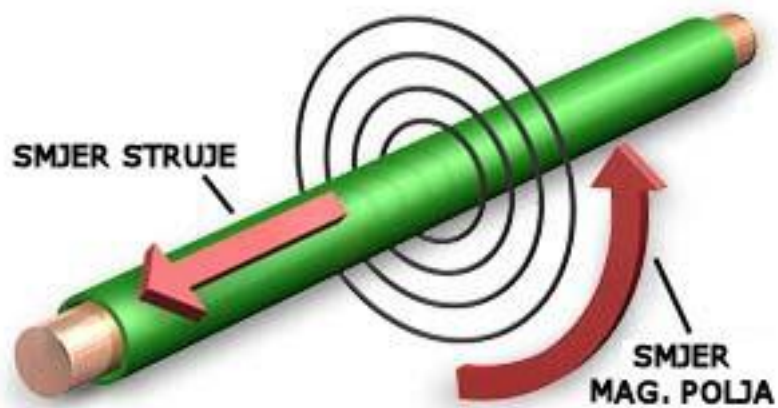
Napravimo pokus sa željeznom piljevinom, tražimo da ga učenici skiciraju u bilježnice i napišu opis pokusa te prozovemo jednog učenika da ga skicira na ploču.



Učenici zaključuju kako svaka magnetska silnica ima oblik kružnice koja obavija žicu tako da leži u ravnini okomitoj na žicu ,a središte joj je na osi žice te to nacrtamo na ploču.

Kako biste odredili smjer linija magnetskog polja iz smjera struje ?

Nakon što saslušamo učeničke ideje objasnimo kako smjer linija magnetskog polja možemo odrediti pomoću pravila desne ruke sa savijenim prstima. To prvo pokažemo, zatim objasnimo i nacrtamo na ploču.



Obuhvatimo žicu desnom rukom tako da ispruženi palac pokazuje smjer struje. Tada prsti savijeni oko žice pokazuju smjer magnetskih silnica oko žice. Iz zakrivljenih linija polja dolazimo do vektora polja. Vektor polja je tangencijalan na linije polja, a smjer mu je određen smjerom linija polja. Na slici je smjer linija magnetskog polja.



Prsti pokazuju smjer linija magnetskog polja.

Kako biste pomoću linija magnetskog polja odredili vektor magnetskog polja u nekoj točki?



Učenici trebaju provući liniju polja (kružnicu oko vodiča kroz T i odrediti vektor polja u T).

Što mislite da će se dogoditi s jakosti magnetskog polja kako se udaljavamo od žice ?

Puštamo učenike da pišu svoje pretpostavke u bilježnicu te ih čitaju.

Kolika je jakost magnetskog polja na nekoj udaljenosti od vodiča?

Pogledamo simulaciju :

<https://www.wiley.com/college/halliday/0470469080/simulations/sim36/sim36.html>

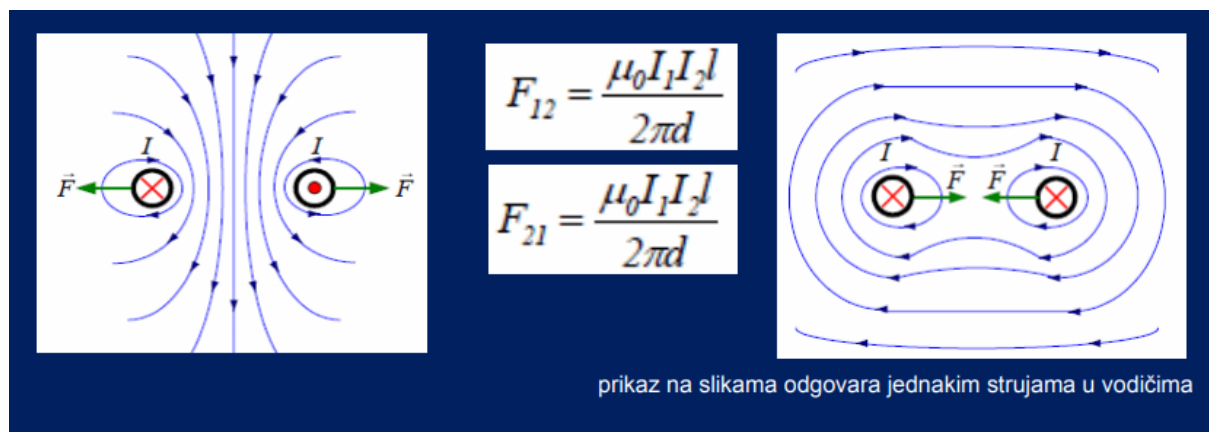
Pomoću simulacije istražujemo što se događa s jakošću magnetskog polja kako mijenjamo udaljenost od ravnog vodiča ili jakost struje kroz vodič. Učenici uočavaju da iznos polja ovisi o jakosti struje I koja protječe vodičem, te udaljenosti r od ravnog vodiča.

Na udaljenosti r od ravne žice kojom teče struja jakosti I iznos magnetske indukcije, koju još zovemo i magnetskim poljem je određen izrazom : $B = \mu \frac{I}{2\pi r}$ gdje je μ koeficijent proporcionalnosti. Taj se koeficijent zove permeabilnost i njegova vrijednost ovisi o sredstvu u kojem djeluje magnetsko polje. Ako magnetsko polje djeluje u vakuumu, odgovarajuća vrijednost permeabilnosti označava se s μ_0 i ona iznosi $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \frac{Tm}{A}$.

Permeabilnost nekog sredstva obično izražavamo u obliku : $\mu = \mu_0 \mu_r$ gdje μ_0 predstavlja permeabilnost vakuum,a faktor μ_r je broj koji se naziva relativna permeabilnost sredstva. Npr za zrak i vodu je relativna permeabilnost približna kao i za vakuum,oko 1,dok je za neke materijale tipa željeza i slitina ona vrlo velika,te doseže red veličine do 10^5 . Permeabilnost nekog sredstva možemo tumačiti kao mjeru za uspostavu magnetskog polja u tom sredstvu . Relativna permeabilnost nekog materijala predstavlja povećanje vanjskog magnetskog polja u tom materijalu ,u odnosu na magnetsko polje ako je ono u vakuumu.

ISTRAŽIVAČKO PITANJE 2 : *Kako međudjeluju dva paralelna ravna vodiča kojima teče struja ?*

Učenici zapisuju svoje pretpostavke te ih čitaju,a to zatim provjeravamo pokusom. Žicama prvo puštamo struju u istom smjeru te primjećujemo da se one privlače. Zatim žicama puštamo struju u suprotnim smjerovima te primjećujemo da se one odbijaju. Učenici skiciraju pokuse u bilježnicu.



Zašto dolazi do privlačenja ili odbijanja u vodičima ?

Jakost struje u prvoj žici je I_1 , a u drugoj I_2 . Prva žica,kojom teče struja jakosti I_1 ,stvara magnetsko polje čije su silnice koncentrične kružnice oko žice. Smjer tih silnica je u skladu s pravilom desne ruke sa savijenim prstima. Označimo s \vec{B}_1 magnetsku indukciju polja prve žice na mjestu gdje se nalazi druga žica. Magnetsko polje prve žice djeluje na drugu žicu silom \vec{F} . Smjer te sile je u skladu s pravilom desne ruke : sila \vec{F} okomita je na \vec{B}_1 i na smjer struje I_2 kroz

drugu žicu. Ta sila je usmjerena prema prvoj žici. To znači da prva žica privlači drugu žicu. Na isti način možemo zaključiti da i druga žica privlači prvu. Dakle dvije paralelne žice kojima struja teče u istom smjeru međusobno se privlače. Ako u paralelnim žicama teku struje u suprotnim smjerovima, žice se tada međusobno odbijaju. Zatim uvodimo izraz za iznos magnetske sile između paralelnih žica kojima teku struje :

$$F = \frac{\mu}{2\pi} \frac{I_1 I_2}{r} l$$

pri čemu je r razmak između žica, a l njihova duljina . Ako su žice u vakuumu ili zraku ,tada je $\mu = \mu_0$.

Kako se odnose sile između vodiča ?

Sile kojima žice djeluju jedna na drugu imaju jednak iznos i suprotan smjer.

Koja je mjerna jedinica za električnu struju ?

Amper .

Magnetska sila između dvije paralelne ravne žice upotrebljava se za definiciju ampera, jedinice jakosti struje u Međunarodnom sustavu jedinica (SI). Neka su dvije paralelne ravne žice, međusobno udaljene 1 m ,smještene u vakuumu. Neka kroz obje žice teče struja jednake jakosti. Kako biste definirali amper u toj situaciji?

Ako jedna žica djeluje na drugu magnetnom silom $2 \cdot 10^{-7}$ N, po metru duljine, tada se jakost struje u jednoj i u drugoj žici definira kao jedan amper. To možemo pokazati i slijedećim računom:

$$F = \frac{(4\pi \cdot 10^{-7} \text{ TmA}^{-1})}{2\pi} \cdot \frac{(1\text{A} \cdot 1\text{A})}{1\text{m}} \cdot 1\text{m}$$

$$F = 2 \cdot 10^{-7} \text{ N}$$

3) Završni dio : primjena modela – korištenje novostečenog znanja u novim situacijama,provjera ostvarenosti obrazovnih ishoda

Postavljamo nekoliko konceptualnih pitanja, na koja učenici odgovaraju dizanjem A, B, C, D kartica. Iza svakog pitanja slijedi diskusija o odgovorima.

1) *Kakve su sile između dva ravna paralelna vodiča kojima teku struje od 1 A i 2 A u istom smjeru?*

A) privlačne i jednakog iznosa

B) odbojne i jednakog iznosa

C) privlačne i različitih iznosa

D) odbojne i različitih iznosa

C) sile kojima teku struje u istom smjeru su privlačne,a iznos je određen iznosom struje

2) *Kako će se promijeniti magnetsko polje vodiča ako se udaljimo od vodiča 2 puta ?*

A) povećat će se 2 puta

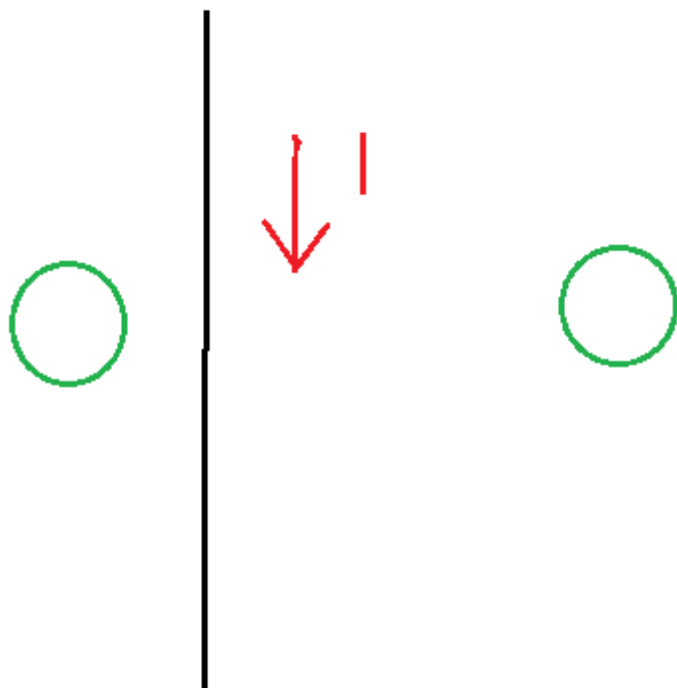
B) smanjit će se 2 puta

C) povećat će se 4 puta

D) smanjit će se 4 puta

B)

3) Kako su usmjereni vektori magnetskog polja u slijedećem slučaju ?



- A) vektor magnetskog polja je usmjeren „u papir“ i lijevo i desno od vodiča
- B) vektor magnetskog polja je usmjeren „iz papira „ i lijevo i desno od vodiča
- C) vektor magnetskog polja je usmjeren „u papir“ lijevo od vodiča,a „iz papira „ desno od vodiča
- D) vektor magnetskog polja je usmjeren „ u papir „ desno od vodiča,a „iz papira „ lijevo od vodiča

D)

ZADATAK :

Ravnom žicom teče struja jakosti 1 A. Koliko je magnetsko polje u zraku na udaljenosti 1 cm od žice ?

$$B = \mu \frac{I}{2\pi r} = 4\pi \cdot 10^{-7} \frac{Tm}{A} \cdot \frac{1A}{2\pi \cdot 10^{-2}m}$$

$$B = 2 \cdot 10^{-5} T$$

Je li to magnetsko polje slabije od magnetskog polja Zemlje? Je li utjecaj električne struje na kompas zanemariv ? Mogu li u brodovima i zrakoplovima u blizini kompasa biti žice kojima teče struja ?

Magnetsko polje ima sličan iznos kao magnetsko polje Zemlje. Odatle zaključujemo da električna struja može uvelike utjecati na kompas. Zato se u brodovima i zrakoplovima pazi da u blizini kompasa ne budu žice kojima teče struja.

PLAN PLOČE

Magnetsko polje električne struje

Magnetsko polje električne struje – uzrok djelovanja električne struje na magnet koji se nalazi u blizini (manifestira se otklonom magnetske igle)

Mjerna jedinica magnetskog polja: T (*Tesla*)

Jakost magnetskog polja :

$$B = \mu \frac{I}{2\pi r} \quad \mu = \mu_0 \mu_r$$

B – magnetsko polje

μ – apsolutna permeabilnost - μ_0 – permeabilnost vakuumu ≈ 1

μ_r – permeabilnost sredstva

I – električna struja

r – udaljenost od vodiča

Magnetska sila između dvije paralelne ravne žice :

$$F = \frac{\mu}{2\pi} \frac{I_1 I_2}{r} l$$

r – razmak između žica

l – duljina žica

I_1, I_2 – struje koje teku žicama 1, odnosno 2

F – magnetska sila između dvije paralelne ravne žice

Definicija ampera :

$$F = \frac{(4\pi \cdot 10^{-7} \text{ TmA}^{-1})}{2\pi} \cdot \frac{(1\text{A} \cdot 1\text{A})}{1\text{m}} \cdot 1\text{m}$$

$$F = 2 \cdot 10^{-7} \text{ N}$$

Literatura

- [1] Planinić M. : Istraživački usmjerena nastava fizike, prezentacija iz kolegija Metodika nastave fizike 1, Prirodoslovno-matematički fakultet Sveučilišta u Zagrebu, ak. godina 2016/2017.
- [2] Planinić M : Interaktivni načini poučavanja fizike, materijali s kolegija Metodika nastave fizike 1, Prirodoslovno-matematički fakultet Sveučilišta u Zagrebu, ak. godina 2016/2017.
- [3] Paar, V., Šips, V. Fizika 2, udžbenik za 2. razred gimnazije, Zagreb, Školska knjiga, 1998.
- [4] Simulacija magnetskog polja oko ravnog vodiča kojim teče struja :
<https://www.wiley.com/college/halliday/0470469080/simulations/sim36/sim36.html>

Literatura

- [1] Blythe H.J.,Kronmuller H.,Seeger A.,Walz F. : A review of the magnetic relaxation and its application to the study of atomic defects in α -iron and its diluted alloys//phys.stat.sol. Vol 181,233 (2000),str. 233-255
- [2] Weller M. : The Snoek relaxation in bcc metals – From steel wire to meteorites//Materials science and engineering Vol A ,442 (2006),str 21-30
- [3] Basioli,L. Magnetska relaksacija u α – željezu,Seminarski rad ,Zagreb,Institut za fiziku ,2017.
- [4] Kadović,A. Magnetska AC susceptibilnost amornog feromagneta $Fe_6Ni_{74}B_{18}Si_2$ i dinamika domenskih zidova,Seminarski rad,Zagreb,Institut za fiziku,2016.
- [5] Paar,V.,Šips,V. Fizika 2,udžbenik za 2.razred gimnazije,Zagreb,Školska knjiga,1998.
- [6] Walz F.,Weller M.,Hirscher M. :Magnetic after-effect and internal friction as quantitative tools for the analysis of carbon and nitrogen in α – iron//phys.stat.sol. Vol (a) 154, 765 (1996),765-778
- [7] Magnetna susceptibilnost
https://hr.wikipedia.org/wiki/Magnetna_susceptibilnost
- [8] Magnetizacija
<https://hr.wikipedia.org/wiki/Magnetizacija>
- [9] Alotropije željeza
https://hr.wikipedia.org/wiki/Alotropije_%C5%BEeljeza
- [10] Eksponecijalni integral
https://en.wikipedia.org/wiki/Exponential_integral